Feinstruktur der Fresnelschen Beugungssäume und Energieanalyse von Hell- und Dunkelfeldbildern in der Niederspannungs-Elektronenmikroskopie

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors

der Naturwissenschaften

der Fakultät für Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Wilfried Krimmel
aus Reutlingen

1981

Feinstruktur der Fresnelschen Beugungssäume und Energieanalyse von Hell- und Dunkelfeldbildern in der Niederspannungs-Elektronenmikroskopie

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors

der Naturwissenschaften

der Fakultät für Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Wilfried Krimmel
aus Reutlingen

1981

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Tag der mündlichen Prüfung:	27. November 1981
Dekan	Prof. Dr. M. Grewing
1. Berichterstatter	Prof. Dr. G. Möllenstedt
2. Berichterstatter	Prof. Dr. F. Lenz

Abstract

KRIMMEL, WILFRIED

FEINSTRUKTUR DER FRESNELSCHEN BEUGUNGSSÄUME UND ENERGIE-ANALYSE VON HELL- UND DUNKELFELD-BILDERN IN DER NIEDER-SPANNUNGS-ELEKTRONENMIKROSKOPIE

Fresnelsche Beugungssäume in Niederspannungsbildern wurden mit dem Zwischenverzögerer untersucht. Die Lage und Intensität der Maxima und Minima von Beugungssäumen an feinen Löchern in 4 nm dicken C-Folien stimmen bei 3,75 keV mit der Theorie überein. Die theoretischen Werte entnimmt man der von F. Lenz modifizierten Cornu-Spirale.
Die Energieverteilung von Niederspannungs-Bildern mit 4 keV-Elektronen wurde mit dem elektrostatischen Analysator im Hellfeldbild gemessen. Bei optimaler Apertur betrug der inelastische Anteil an 3 nm dicken C-Schichten 6 % der Bildelektronen. Eine theoretische Deutung wird gegeben.
Zur Vermeidung der störenden chromatisch gestreuten Elektronen entnimmt man der Theorie der gestreuten Elektronen den Beleuchtungswinkel für die Dunkelfeldabbildung.
Eine Messung der Energieverteilung im Dunkelfeldbild bei Beleuchtungswinkeln bis 10^{-1} rad ergab eine Zunahme des Anteils der elastisch gestreuten Elektronen bei größer werdendem Winkel.
Einige Dunkelfeldbilder wurden mit dem Zwischenverzögerer bei hohlkegelförmiger Beleuchtung aufgenommen. Der hohe Kontrast des Hellfeldbildes in der Niederspannungsmikroskopie wird an biologischen Objekten gezeigt.

Inhalt

		Seite
1.	Einleitung	1
1.1	Geschichtlicher Überblick	3
2.	Technischer Aufbau des Mikroskops	5
2.1	Versuchsaufbau und Strahlengang für Hellfeldabbildung	5
2.2	Zur technischen Ausführung des Zwischenverzögerers	7
2.3	Vakuumsystem	8
2.4	Strom- und Spannungsversorgungen	9
3.	Beugungssäume bei langsamen Elektronen	10
3.1	Berechnung von Lage und Intensität der Beugungssäume nach dem Kirchhoff-Verfahren	10
3.2	Experimenteller Verlauf der Beugungssäume	16
4.	Energieanalyse der Bildelektronen des Hellfeldes	21
4.1	Einleitung	21
4.2	Versuchsaufbau zur Energieanalyse des Hellfeldbildes	22
4.2.1	Der Energieanalysator	24
4.3	Versuchsergebnisse	25
4.4	Winkelverteilung der inelastisch gestreuten Elektronen	29
5.	Dunkelfeldabbildung	34
5.1	Allgemeine Überlegungen	34
5.1.1	Winkelverteilung für elastisch gestreute Elektronen	35
5.2	Zur experimentellen Technik der Dunkelfeldabbildung im Elektronenmikroskop	38

Seite

5.3 Beschreibung des Strahlengangs bei hohlkegelförmiger Beleuchtung für den Zwischenverzögerer 40

5.3.1 Bestimmung des halben Öffnungswinkels θ für hohlkegelförmige Beleuchtung und Untersuchungen am Vorfeld des Zwischenverzögerers 42

5.4 Experimentelle Ergebnisse der Dunkelfeld-Mikroskopie 46

5.5 Energieanalyse des Dunkelfeldbildes von Kohlefolien 48

5.6 Beispiele für die Dunkelfeldabbildung 49

6. Anwendungsbeispiele für die Hellfeldabbildung 51

7. Zusammenfassung 53

8. Literaturverzeichnis 55

1. Einleitung

In der Elektronenmikroskopie mit nur teilweiser kohärenter oder inkohärenter Bestrahlung des Objektes hat sich der Begriff des Streuabsorptionskontrastes bewährt. Diese korpuskulare Betrachtungsweise läßt sich wie folgt beschreiben:

Im Objekt werden die im Strahlerzeuger beschleunigten Elektronen in einen nach vorwärts gerichteten Kegel gestreut. Danach durchlaufen sie das Objekt und werden in dessen hinterer Brennebene nach Richtungen fokussiert. Die in dieser Ebene angeordnete Objektiv-Aperturblende schneidet somit alle Elektronen aus, die in größere Winkel als α_o - den Objektivaperturwinkel - gestreut werden. Der so entstandene Streuabsorptionskontrast $K = (I_o - I)/(I_o+I)$ läßt sich entweder durch Verkleinern der Objektivapertur oder durch Verringern der Durchstrahlungsenergie E_o des Objekts vergrößern. Eine Verkleinerung der Objektivapertur α_o unter den für ein optimales Auflösungsvermögen notwendigen Wert hat ebenso einen Verlust an Auflösungsvermögen zur Folge, wie eine Vergrößerung der Elektronenwellenlänge λ_o. Denn in beiden Fällen macht sich der Beugungsfehler $\delta = 0{,}61\ \lambda_o/\alpha_o$ stark bemerkbar. Nach B. von Borries und E. Ruska (1) läßt sich jedoch die größte Kontraststeigerung durch Verringern der Durchstrahlungsenergie erreichen.
In Abb. 1 ist der Zusammenhang zwischen Kontrast, Strahlspannung und Objektivapertur nach theoretischen und experimentellen Werten von Leisegang aufgetragen (2). Ferner ist in Abb. 2 der Zusammenhang zwischen Kontrast, Strahlspannung und Massendicke des Objektes dargestellt (1).
In der Formel für den Kontrast $K = (I_o-I)/(I_o+I)$ bedeutet I_o die Primärstromdichte und I die Stromdichte des ungestreuten Anteils. Als Aufhellungsdicke wird nach B. von Borries (3) die Massendicke bezeichnet, bei der jedes Elektron im Mittel einmal elastisch gestreut wird.

Neben einem Anteil von einfach oder mehrfach elastisch gestreuten Elektronen enthält der Strahl nach Durchgang durch ein Objekt dieser Massendicke noch etwa 37 % an ungestreuten Elektronen. Den daraus folgenden Kontrast von 0,46 kann man im Elektronenmikroskop gut beobachten.

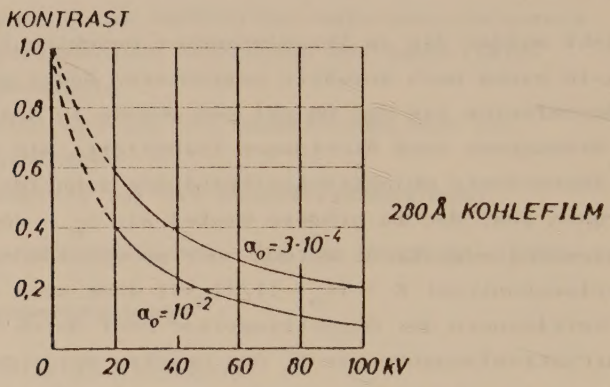

Abb. 1: Zusammenhang zwischen Kontrast, Strahlspannung und Objektivapertur (2)

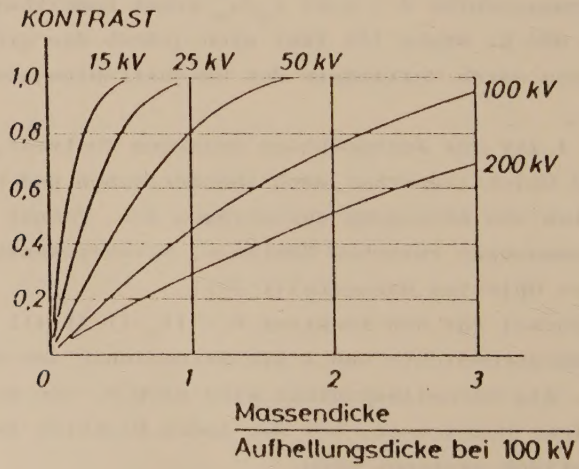

Abb. 2: Zusammenhang zwischen Kontrast, Strahlspannung und Massendicke des Objektes (1)

1.1 Geschichtlicher Überblick

Die Elektronenmikroskopie mit langsamen Elektronen wird bereits seit vielen Jahren betrieben. So arbeitete Nixon (4) mit 6 keV-Elektronen, van Dorsten und Premsela (5) mit 10 - 20 keV und A. P. Wilska (6, 7, 8) ebenfalls bei 10 - 20 keV. Wilska (9) ging dann 1970 auf 3 - 6 keV über. Diese Mikroskope benutzten magnetische Objektive.
Die Kontraststeigerung durch Verringern der Durchstrahlungsenergie wurde von van Dorsten (10) bestätigt. Als Nachteile der Niederspannungsmikroskopie ergaben sich eine starke Abhängigkeit von magnetischen Störfeldern und elektrischen Aufladungen. Die elektrischen Aufladungen beruhen auf der stärkeren Verschmutzung (Kontamination) der Blenden bei niedrigen Strahlspannungen. Ferner erwies sich die geringe Empfindlichkeit von Leuchtschirm und Photoplatte als Nachteil.
In seiner Arbeit über den Zwischenbeschleuniger (11) wies Möllenstedt auf den Zwischenverzögerer hin, bei dem die Elektronen nur auf einer sehr geringen Strecke die niedrige kinetische Energie haben, mit der sie das Objekt durchdringen. Dadurch entfallen die meisten der oben angeführten Nachteile.

Heinemann (12) berichtet 1965 über Vorversuche mit einem Zwischenverzögerer und wies die Kontraststeigerung bei Verringerung der Durchstrahlungsenergie nach. Heinemann und Möllenstedt (13) erzielten dann ein Auflösungsvermögen von 8 nm mit einem einfachen Zwischenverzögerer. Von Stolz und Möllenstedt (14) wird dann eine Auflösungsgrenze des Zwischenverzögerers von 4 nm berichtet. Stolz (15, 16) bestimmte an einer verbesserten Ausführung das Auflösungsvermögen experimentell und theoretisch auf 2,5 nm. Er berichtet auch von den Kardinalelementen des Zwischenverzögerers als Kondensorobjektivlinse und über den Einfluß der Linsenfehler der beiden Feldanteile auf das elektronenoptische Bild. Ferner wird die erreichte Kontraststeigerung mit anderen Mikroskopen verglichen

und gezeigt, daß biologische Objekte im Mikroskop mit langsamen Elektronen nicht mehr kontrastiert (Staining) zu werden brauchen.

In der UdSSR haben Vertsner und Shchetnev 1967 ein kommerzielles Elektronenmikroskop entwickelt, das nach dem Prinzip der Zwischenverzögerung arbeitet. Es verfügt aber im Gegensatz zu dem hier benutzten Zwischenverzögerer über ein magnetisches Objektiv. Die Durchstrahlungsenergie des Objektes beträgt bei diesem Gerät 4 - 8 keV (17).

In der hier vorliegenden Arbeit wird über Versuchsergebnisse mit einem verbesserten Zwischenverzögerer berichtet.

2. Technischer Aufbau des Mikroskops

2.1 Versuchsaufbau und Strahlengang für Hellfeldabbildung

Abb. 3 zeigt den Versuchsaufbau. In einem Strahlerzeugungssystem werden die Elektronen auf E_B = 40 keV beschleunigt. Danach durchlaufen sie ein magnetisches Doppelkondensorsystem, das als schwache Linse betrieben wird. In seiner Mitte befindet sich eine Kondensoraperturblende. Diese Bauelemente wurden einem Siemens-Elektronenmikroskop vom Typ Elmiskop I entnommen. Zusätzlich wurde noch eine Anodenverschiebung eingebaut.
Die Elektronen werden im Zwischenverzögerer zwischen dessen oberer Erdelektrode und oberer Faradaykäfig-Elektrode auf die Durchstrahlungsenergie E_o abgebremst, die nur wenige keV beträgt. Dieses Verzögerungsfeld wirkt als zusätzliche Kondensorlinse und erzeugt ein verkleinertes Bild der Quelle in der Nähe des im feldfreien Raum des Faradaykäfigs angeordneten Objektes. Nach Durchlaufen des Objekts werden die Elektronen in einem Beschleunigungsfeld, das sich zwischen der unteren Faradaykäfig-Elektrode und der unteren Erdelektrode befindet, wieder auf die ursprüngliche Energie E_B = 40 keV gebracht. Dieses Beschleunigungsfeld wirkt als Objektiv. In der hinteren Brennebene des Objektivfeldes befindet sich die Objektiv-Aperturblende. Anschließend durchlaufen die Elektronen einen elektrischen Stigmator zur Korrektur des axialen Astigmatismus. Darunter befinden sich zwei magnetische Projektive, wobei das obere Projektiv als Zwischenlinse verwendet wird. Leuchtschirm und Kamera dienen zur Registrierung der Bilder. Dieser Aufbau entspricht im wesentlichen dem von Stolz (15, 16) verwendeten, wobei einige Abänderungen sich als notwendig erwiesen.

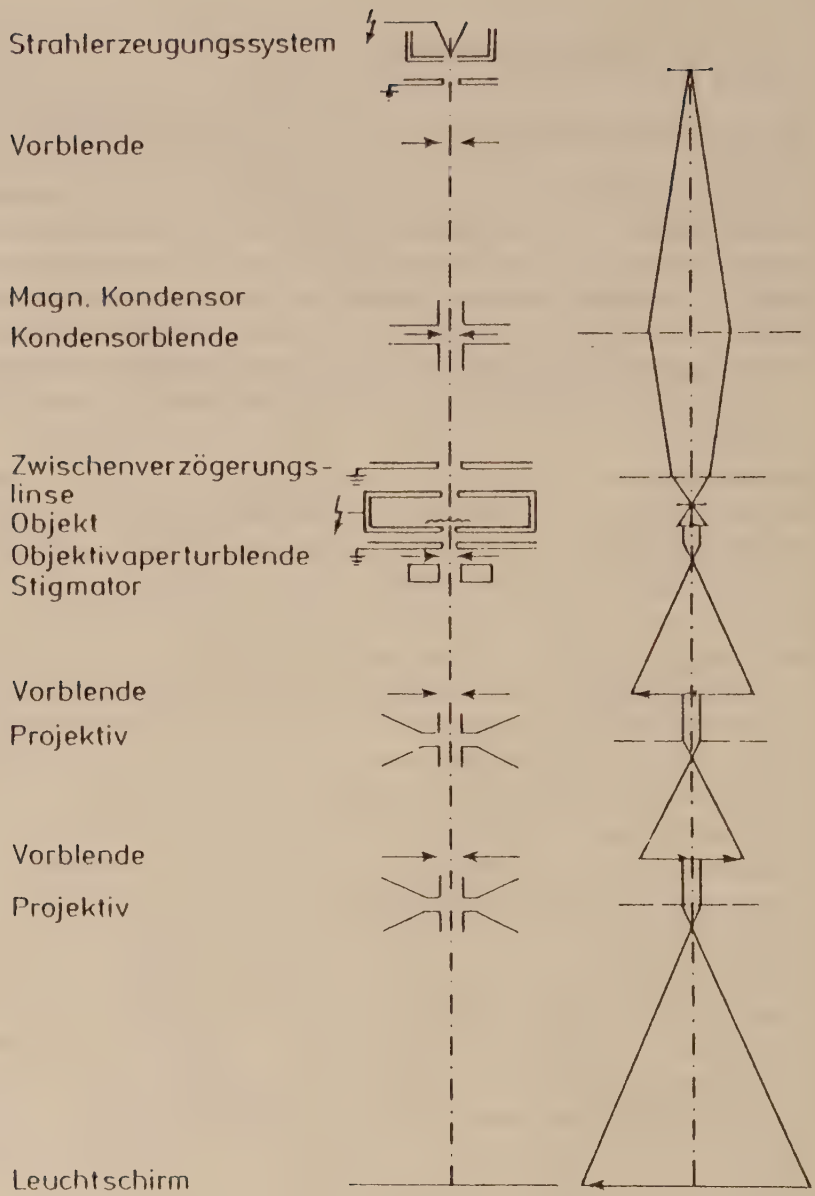

Abb. 3: Versuchsaufbau und Strahlengang für Hellfeld-
abbildung im Zwischenverzögerer

2.2 Zur technischen Ausführung des Zwischenverzögerers

Der Querschnitt des Zwischenverzögerers ist in Abb. 4 dargestellt. Zwischen der oberen (1) und unteren Erdelektrode (5) befindet sich der Faradaykäfig (2). Der Faradaykäfig ist auf drei Isolatoren (4) gehaltert. Als Isolatormaterial dient die auf der Drehbank bearbeitbare Glaskeramik der Firma Corning-Glass-Works. Im Faradaykäfig befindet sich auf dessen Potential der Objektverschiebetisch (3), mit dem das Objekt über mechanische Triebe (6) in zwei zueinander und zur Achse senkrechten Richtungen positioniert wird. Das Objekt wird über eine Objektschleuse ins Vakuum des Mikroskops eingeschleust. Die Objektschleuse enthält eine kleine Kammer, die vor dem Schleusvorgang mit einer separaten Rotationspumpe auf Vorvakuum evakuiert wird.

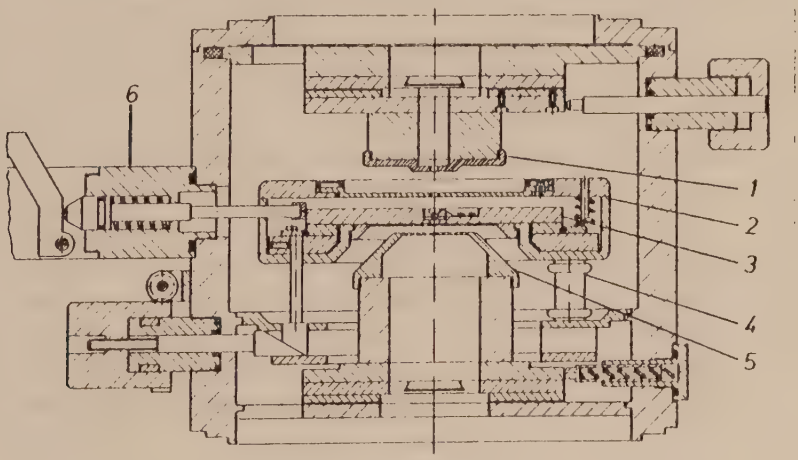

Abb. 4: Querschnitt des Zwischenverzögerers
(1) obere Erdelektrode; (2) Faradaykäfig; (3) Objektverschiebetisch; (4) Isolator; (5) untere Erdelektrode; (6) Objektverschiebung. (1) und (5) sind geerdet, (2) und (3) liegen auf negativer Hochspannung.

Die Elektroden werden vor dem Zusammenbau der Linse sorgfältig poliert und gereinigt. Zur lichtoptischen Justierung der Elektrodenbohrungen auf die gleiche Achse dient ein Stereomikroskop mit Drehtisch. Bei 80-facher Vergrößerung werden die Elektroden auf 1,5 µm zur Achse positioniert. In Abb. 5 sind die geometischen Maße der Elektrodenanordnung eingetragen. Die Z-Koordinate wird von der oberen Innenfläche der unteren Faraday-Elektrode aus nach unten gerechnet.

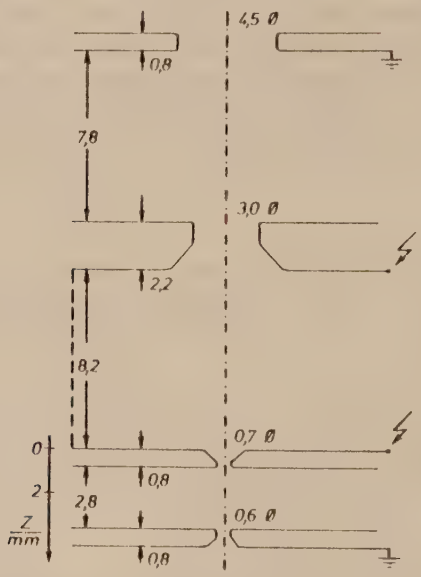

Abb. 5: Abmessungen der Elektroden des Zwischenverzögerers

2.3 Vakuumsystem

Zur Vakuumerzeugung dient eine zweistufige Drehschieberpumpe vom Typ RZ 12 der Firma Brand Wertheim, sowie eine dreistufige Öldiffusionspumpe vom Typ 900 der Firma Balzers AG mit stickstoffgekühltem Baffle. Ein Vakuum von $1 \cdot 10^{-4}$ Pa wird im Objekt-

und Kathodenraum erreicht.

2.4 Strom- und Spannungsversorgungen

Die Hochspannung für den elektrostatischen Zwischenverzögerer und für das Strahlerzeugungssystem wird einer Hochspannungsanlage vom Typ 927 der Firma Brandenburg entnommen. Die Restwelligkeit dieser Anlage wurde unter einer Last von 50 µA zu 0,5 V_{ss} bei 40 kV bestimmt (18).
Dieses Meßverfahren benutzt ein Spektrometer mit zwei Möllenstedt-Analysatoren, wobei der erste Analysator als Monochromator dient. In der Hochspannungszuführung des zweiten Analysators sind einzeln einschaltbare Filter eingebaut, die die Brummspannung der Kaskade unterdrücken. Damit lassen sich aus der Linienverbreiterung beim Ausfiltern eines Frequenzanteils die Amplituden der einzelnen Frequenzen bestimmen und daraus auf die Stabilität der Kaskade schließen.
Für die Linsenstromversorgung der Projektive und des Kondensors dienen drei stromgeregelte Gleichspannungsnetzteile vom Typ TN 300 - 120 der Firma Heinzinger. Die gemessene Kurzzeitstabilität (einige Minuten) beträgt $2 \cdot 10^{-5}$ unter der Last von I = 200 mA.
Das Stigmator-Netzgerät stammt von einem Elektronenmikroskop vom Typ EM 9 der Firma Zeiss, Oberkochen. Die Zentrierung des Stigmators zur optischen Achse erfolgt mittels einer Wobbelspannung. Die notwendige Stabilität der Korrekturspannung ist bei diesem Gerät gewährleistet.

3. Beugungssäume bei langsamen Elektronen

3.1 Berechnung von Lage und Intensität der Beugungssäume nach dem Kirchhoff-Verfahren

Die Beugungssäume sind für den Mikroskopiker ein übliches Hilfsmittel zur Scharfstellung des Objekts, da beim Verschwinden der Fresnelschen Beugungssäume optimal scharf gestellt ist. Außerdem läßt sich mittels der Beugungssäume die Korrektur des axialen Astigmatismus vornehmen. Für die Elektronenmikroskopie sind die Beugungssäume von besonderem Interesse, die an den Kanten von teildurchlässigen, phasenschiebenden Objekten auftreten, z. B. Ränder von Löchern in dünnen Folien. Rechnungen und experimentelle Messungen wurden für 50 keV-Elektronen von Hillier und Ramberg durchgeführt (19). Beim Mikroskopieren mit langsamen Elektronen (ca. 4 keV) stellt man an den Beugungssäumen fest, daß die Objektdicke einen wesentlichen Einfluß auf den Kontrast von Beugungssäumen hat. Um eine genauere Vorstellung von der Abhängigkeit der Beugungserscheinungen bezüglich der Objektdicke zu erhalten, wird das Kirchhoff-Verfahren angewandt. Aus der Wellengleichung kann bekanntlich mit Hilfe des Greenschen Satzes das Kirchhoffsche Beugungsintegral abgeleitet werden.

$$u_P = \frac{1}{4\pi} \int_F \left(u \operatorname{grad} \frac{e^{ikR}}{R} - \frac{e^{ikR}}{R} \operatorname{grad} u \right) dF$$

Das Kirchhoff-Integral stellt die Wellenfunktion u_p in einem Punkt P als Integral über eine geschlossene Fläche um den Punkt P dar. e^{ikR}/R ist nach dem Huygensschen Prinzip die von jedem Punkt P auf der Integrationsfläche F ausgehende Kugelwelle. u ist der Wert der Wellenfunktion auf der Integrationsfläche. Unter der Annahme, daß die durch das Objekt gegangene Kugelwelle eine Amplitudenschwächung $e^{-\eta}$ und eine Phasenschiebung δ erlitten hat, löst F. Lenz (20) das Kirchhoffsche Beugungsintegral für Fresnelsche Beugung.

In Abb. 6 sind die verwendeten Größen eingetragen.

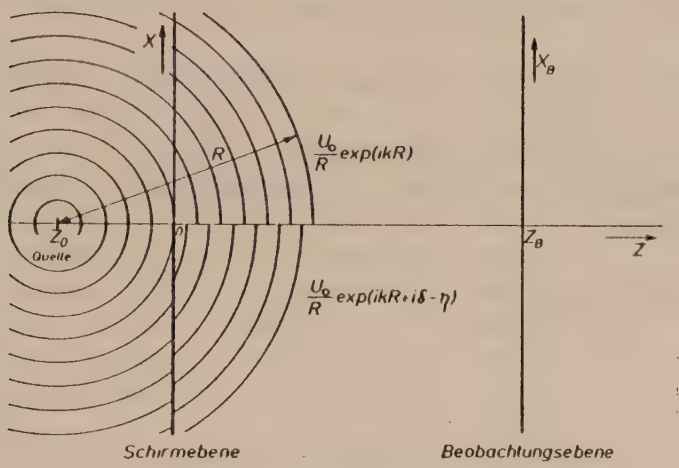

Abb. 6: Beugung einer Kugelwelle an einem teildurchlässigen phasenschiebenden Schirm (20)

Von der Quelle im Punkt $Z = Z_0$ gehen Kugelwellen aus. Diese werden von einem Schirm (Objekt) in der Ebene $Z = 0$ folgendermaßen beeinflußt: Für $X>0$ bleiben die Wellen unbeeinflußt, dagegen werden sie für $X<0$ im Objekt um δ phasenverschoben und um den Faktor $e^{-\eta}$ geschwächt. Damit erhält man in der Beobachtungsebene $Z = Z_B$ für die Intensitätsverteilung (20)

$$I(v)=\frac{|u_0|^2}{(Z_B-Z_0)^2}\,\frac{e^{-\eta}}{2}(\cosh\eta-\cos\delta)\{[c(v)-X(\eta,\delta)]^2+[s(v)-Y(\eta,\delta)]^2\}$$

$$\text{mit } v=\sqrt{\frac{2}{\lambda}}\,\frac{X_B}{Z_B\sqrt{\left|\frac{1}{Z_B}-\frac{1}{Z_0}\right|}};$$

$$X(\eta,\delta) = -\frac{\sinh\eta}{\cosh\eta - \cos\delta}; \quad Y(\eta,\delta) = -\frac{\sin\delta}{\cosh\eta - \cos\delta};$$

$c = S + C$ und $s = S - C$ wobei

$$S(v) = \int_0^v \sin\left(\frac{\pi}{2}t^2\right) dt \quad \text{und} \quad C(v) = \int_0^v \cos\left(\frac{\pi}{2}t^2\right) dt$$

die Fresnelschen Integrale sind.
Der Wert des zur Intensitätsverteilung I(v) proportionalen Ausdrucks

$$[c(v) - X(\eta,\delta)]^2 + [s(v) - Y(\eta,\delta)]^2$$

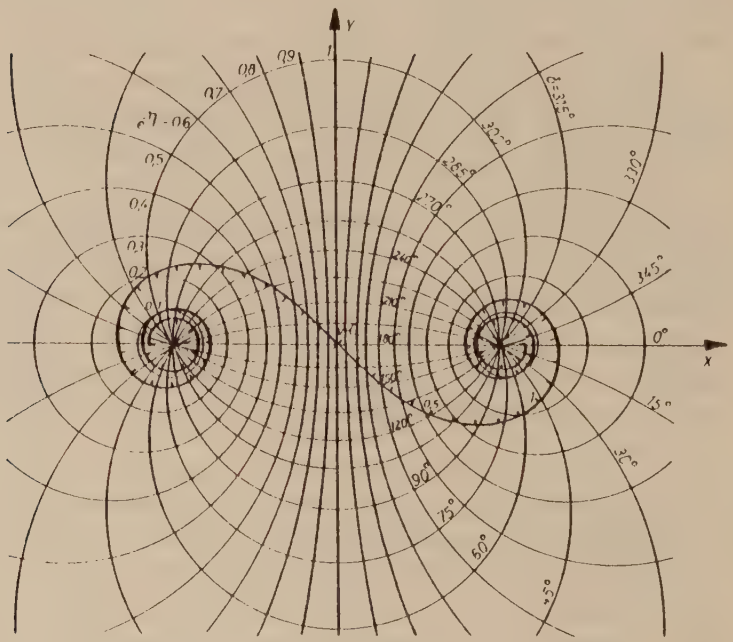

Abb. 7: Cornu-Spirale für ein Objekt mit Phasenschiebung δ und Amplitudenschwächung $e^{-\eta}$ (20)

läßt sich aus einer Darstellung der Cornu-Spirale ablesen, bei der das Koordinatensystem gegenüber der üblichen Darstellung um 45^{o} gedreht und um den Faktor $\sqrt{2}$ gestreckt ist (Abb. 7).
Im Diagramm mit eingezeichnet sind die orthogonalen Kreisscharen η = const. und δ = const.. Damit kann man für jedes Objekt mit gegebenem η und δ den Intensitätsverlauf I(v) als Quadrat des Abstandes des Punktes mit den Koordinaten $X(\eta,\delta)$ und $Y(\eta,\delta)$ von dem auf der Cornu-Spirale liegenden Punkt mit den Koordinaten c(v) und s(v) ablesen.
Für die Experimente wurden freitragende Kohlenstoffolien von 2 bis 15 nm Dicke mit kleinen Löchern benutzt.
Die Phasenschiebung δ folgt aus dem inneren Potential U_i und der Schichtdicke D nach der Berechnung

$$\delta = 2\pi \int_0^D \left(\frac{1}{\lambda} - \frac{1}{\lambda_o}\right) dz = \frac{2\pi}{\lambda_o} \int_0^D \left(\frac{\lambda_o}{\lambda} - 1\right) dz = \frac{2\pi}{\lambda_o} \int_0^D \left(\sqrt{\frac{U_o + U_i}{U_o}} - 1\right) dz$$

$$\delta \approx \frac{\pi}{\lambda_o} \frac{U_i}{U_o} D$$

Dabei ist λ_o die Elektronenwellenlänge im Vakuum, λ die im Folienmaterial und U_o die Strahlspannung.
Mit einem mittleren inneren Potential U_i = 7,8 V (21) für dünne amorphe Kohlefolien erhält man für die Phasenschiebung

$$\delta = 0{,}33\ D \cdot \mathrm{rad/nm}$$

Für die Amplitudenschwächung gilt

$$\eta = \frac{n\sigma_{tot}}{2} D$$

wobei n die Atomzahldichte und σ_{tot} der totale Wirkungsquerschnitt für die Streuung eines Elektrons an einem Objektatom ist. Die Streuquerschnitte von Kohlenstoffatomen im Bereich der Durchstrahlungsenergie des Zwischenverzögerers werden durch Interpolation zwischen Werten ermittelt, die einer-

seits für Energien über 10 keV (22), andererseits für Energien um 1 keV für inelastische (23) und elastische Streuquerschnitte (24) in der Literatur zu finden sind.
Siehe hierzu Abb. 8.

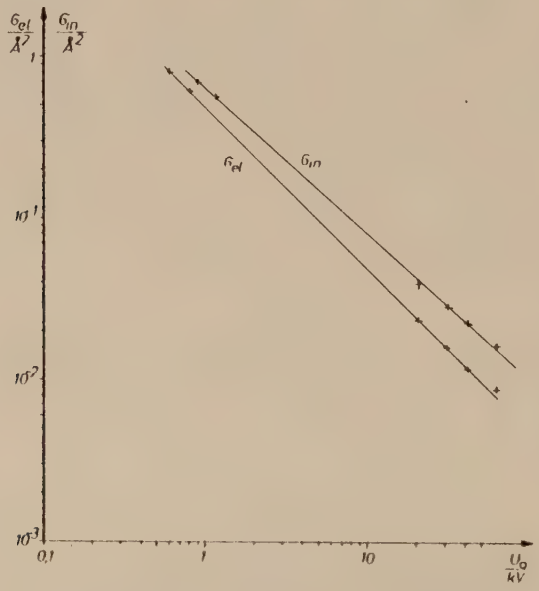

Abb. 8: Elastischer und inelastischer Streuquerschnitt von Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Strahlspannung U_0 nach Brünger und Menz (22), Steinhardt (23), Fink (24)

Daraus läßt sich der elastische und inelastische Streuquerschnitt näherungsweise bei 3,75 kV Strahlspannung ablesen. Für den totalen Streuquerschnitt als Summe aus elastischem und inelastischem Streuquerschnitt erhält man somit

$\sigma_{tot} \approx 0{,}33\ Å^2$

und damit

$\eta \approx 0{,}17$ D/nm

Für die Dichte von Kohlenstoff wurde 2,0 g/cm³ verwendet.

Mit diesen Angaben läßt sich mit Hilfe des in Abb. 7 gezeigten Diagramms die Intensitätsverteilung in der Nähe der beugenden Kante für verschiedene Schichtdicken bestimmen. Der so erhal-

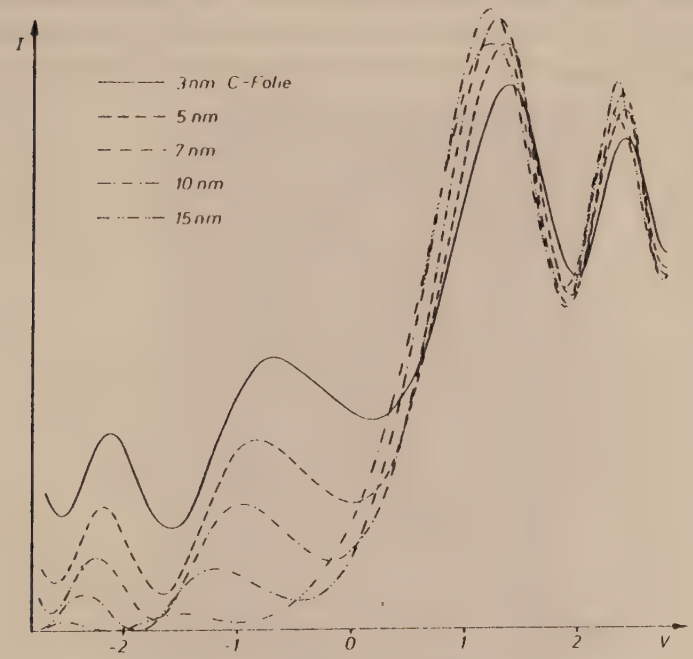

Abb. 9: Der Intensitätsverlauf der Beugungssäume in der Nähe einer teildurchlässigen, phasenschiebenden Kohlenstoff-Kante für 3,75 keV-Elektronen als Funktion von $v \backsim X_B$ für verschiedene Objektdicken D

tene theoretische Intensitätsverlauf ist für verschiedene Schichtdicken in Abb. 9 dargestellt. Mit Zunahme der Schichtdicke wird die Intensität der Säume im Schattenraum sehr schnell kleiner, so daß diese Beugungssäume bei Dicken über etwa 15 nm nicht mehr beobachtbar sind.

3.2 Experimenteller Verlauf der Beugungssäume

Es wurden Beugungssäume im Bild von Kohlefolien ausgemessen. Kohlefolien lassen sich jedoch nicht mit reproduzierbaren Eigenschaften aufdampfen, da sie im geforderten Dickenbereich nicht homogen sind. Für die Dickenbestimmung ist man ferner

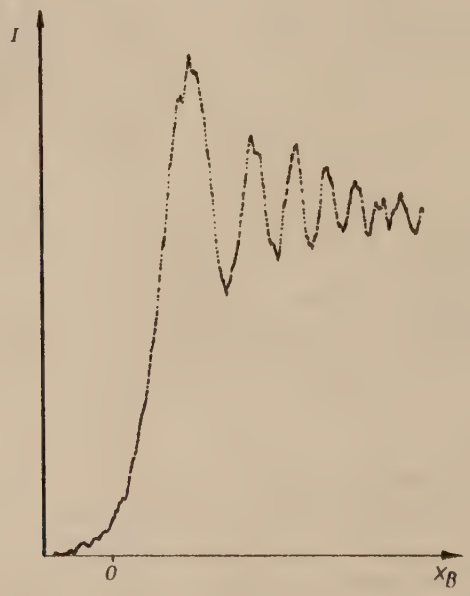

Abb. 10: Photometerkurve von Beugungssäumen an einer 15 nm dicken Kohlefolie mit 3,75 keV-Elektronen bei Überfokussieren des Objektivs

auf Schätzungen angewiesen, da die üblichen Meßmethoden versagen. Aus diesem Grund wird hier darauf verzichtet, die Schichtdicken-Abhängigkeit experimentell zu bestimmen.

Es sollen zwei Extremfälle untersucht werden: Eine mit dem Schwingquarz-Verfahren auf 15 nm bestimmte dicke Schicht und eine ausgesuchte 4 nm dünne Schicht, deren Dicke aus der Elektronenabsorption und mit Hilfe der ESCA-Sonde bestimmt wurde.
Die Abb. 10 zeigt die Photometerkurve eines durch Überfokussieren erzeugten Beugungssaumes an einer Kohlefolie, deren

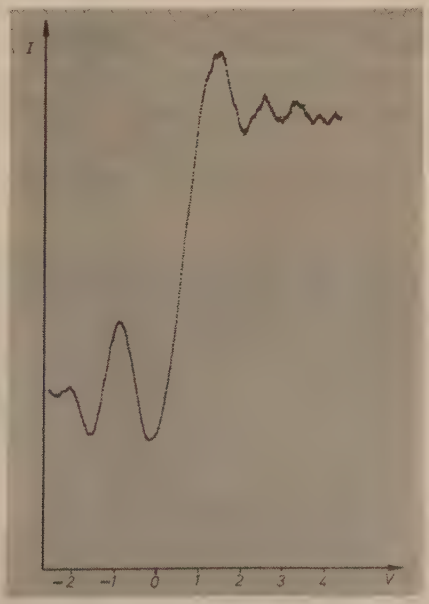

Abb. 11: Photometerkurve von um Z_B = 6 µm überfokussierten Beugungssäumen mit 3,75 keV-Elektronen

Dicke auf 15 nm bestimmt wurde. Man sieht, daß ein Objekt dieser Dicke bereits praktisch eine undurchlässige Kante darstellt. Die Durchstrahlungsenergie betrug 3,75 keV.

In Abb. 11 ist die Photometerkurve von Beugungssäumen im Bild einer Folie von etwa 4 nm Dicke dargestellt.

Abb. 12 zeigt eine Kohlefolie um 6 µm überfokussiert. Die Foliendicke betrug ebenfalls 4 nm und die Durchstrahlungsenergie E_o = 3,75 keV.
Zum Vergleich der Photometerkurve mit dem theoretischen Intensitätsverlauf ist die genaue Kenntnis der Defokussierung erforderlich. Daher wurde die Scharfstellebene in Abhängigkeit von der Durchstrahlungsenergie experimentell bestimmt, wie es in Abb. 13 dargestellt ist. Dabei betrug der Messfehler für die Spannungsmessung 2 % und für die Lage der Scharfstellebene 3 %.
Damit erhält man aus der Steigung der obigen Kurve und der

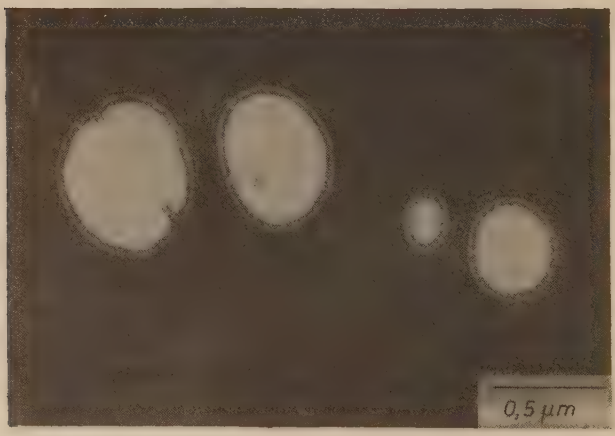

Abb. 12: Beugungssäume an einer Kohlelochfolie

zur Sichtbarmachung der Beugungssäume notwendigen Defokussierungs-Spannung die erreichte Defokussierung. Die Kantenlage des Folienloches (Bestimmung der Lage von $X_B = 0$) wurde durch Vermessen von fokussiertem und überfokussiertem Bild bestimmt.

In Abb. 14 sind die gemessenen und berechneten Kurven zusammengestellt. Die ausgezogene Kurve stellt die experimentellen, die strichpunktierte Kurve die theoretisch gefundenen Werte für eine 4 nm dicke Folie dar.

Die Lage der Maxima und Minima wird gut wiedergegeben. Da aber bei der theoretischen Herleitung von einer punktförmigen Quelle ausgegangen wird, was im Experiment natürlich nicht einstellbar ist, kommt es durch die endliche Ausdehnung der Quelle zu einer Abflachung der Extrema.

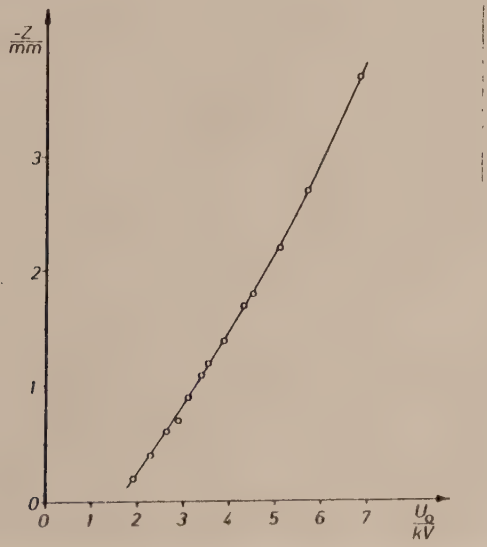

Abb. 13: Lage der Scharfstellebene Z in Abhängigkeit von der Durchstrahlspannung U_o, experimentell bestimmt

Zusammenfassend kann also gesagt werden, daß bei der Verwendung von Kohlefolien in der Elektronenmikroskopie mit langsamen Elektronen nur Foliendicken in Frage kommen, die wesentlich dünner sind als 15 nm. Deshalb wird auch bei den weiteren Untersuchungen in dieser Arbeit immer mit möglichst dünnen Schichten experimentiert.
Die Ergebnisse zeigen, daß es in der Niederspannungsmikroskopie im Gegensatz zu den Angaben von van Dorsten (10) und Vertsner und Shchetnev (17) sehr wohl definierte Beugungssäume gibt.

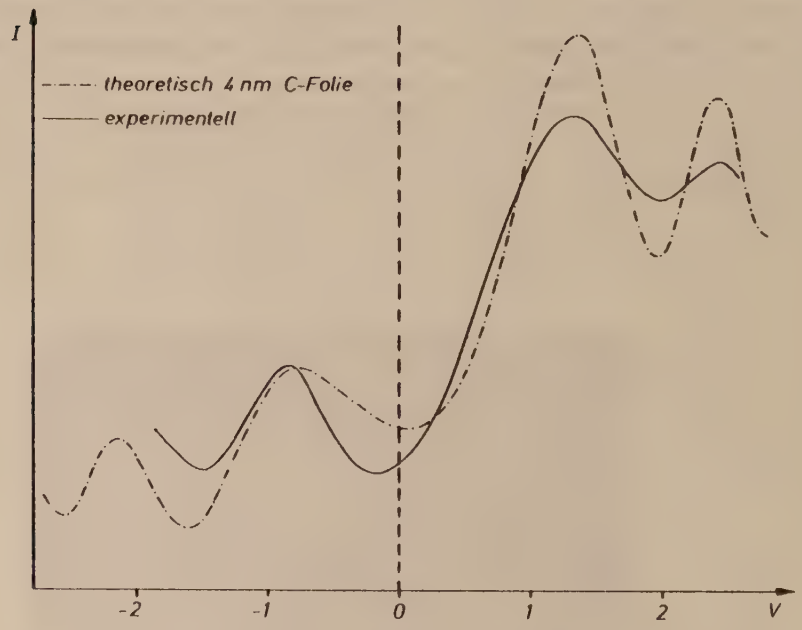

Abb. 14: Photometerkurve von Beugungssäumen an 4 nm Kohlefolie mit 3,75 keV-Elektronen aufgenommen (ausgezogene Kurve) im Vergleich mit theoretisch erhaltener Intensitätsverteilung (strichpunktierte Kurve)

4. Energieanalyse der Bildelektronen des Hellfeldes

4.1 Einleitung

Der Hauptvorteil der Elektronenmikroskopie mit langsamen Elektronen liegt daran, daß die Objekte nicht mehr durch Anlagerung von Schwermetallen kontrastiert werden müssen. Die Massendickenänderung des Objektes reicht aus, um kontrastreiche Bilder zu erzielen.
Abb. 15 zeigt als Anwendungsbeispiel unkontrastierte DNS

Abb. 15: Insektenvirus-DNS (Baculovirus) in Cytochrom C-Film unkontrastiert mit 3,5 keV-Elektronen aufgenommen

eines Insektenvirus (Baculovirus) in Cytochrom C-Film. Im Anhang zu dieser Arbeit befinden sich noch weitere Bilder zur Bestätigung des großen Kontrastes der Niederspannungsmikroskopie.
Es ergibt sich die Frage, ob z. B. durch Energiefilterung der Bildelektronen eine weitere Kontraststeigerung zu erwarten ist.
Nagata und Hama (25) berichten von Energieverlustmessungen an dünnen Folien im Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop mit einer Durchstrahlungsenergie des Objektes von 75 keV. Sie zeigen, daß im Hellfeldbild bis zu 60 % inelastisch gestreute Elektronen vorkommen können. Dieser Wert bezieht sich auf die gesamten Bildelektronen. Die Autoren zeigen, daß selbst ein so großer Anteil an inelastisch gestreuten Elektronen nicht zu einer Auflösungsverschlechterung, sondern nur zu einer Kontrastminderung führt.
Wilska (8, 9) berichtet, daß bei geringen Durchstrahlungsenergien des Objektes vorwiegend inelastisch gestreute Elektronen am Bild beteiligt sein sollen.
Um die chromatische Zusammensetzung der Elektronen im Hellfeld zu erklären, wird in dieser Arbeit eine Energieanalyse vorgenommen. Die Durchstrahlungsenergie betrug 4 keV, und die Dicke der Objekte lag zwischen 2 und 10 nm.

4.2 Versuchsaufbau zur Energieanalyse des Hellfeldbildes

In Abb. 16 ist der Versuchsaufbau zur Energieanalyse des elektronenoptischen Hellfeldbildes dargestellt. Der obere Teil bis einschließlich Stigmator entspricht dem in Abschnitt 2 beschriebenen Hellfeldaufbau. Anstelle der vorher eingebauten Zwischenlinse wurde ein elektrischer Analysator mit dem dazu gehörenden Spalt eingebaut. Unmittelbar über dem Spalt befindet sich ein ausklappbarer Leuchtschirm, auf den das vom Zwischenverzögerer erzeugte Zwischenbild scharf

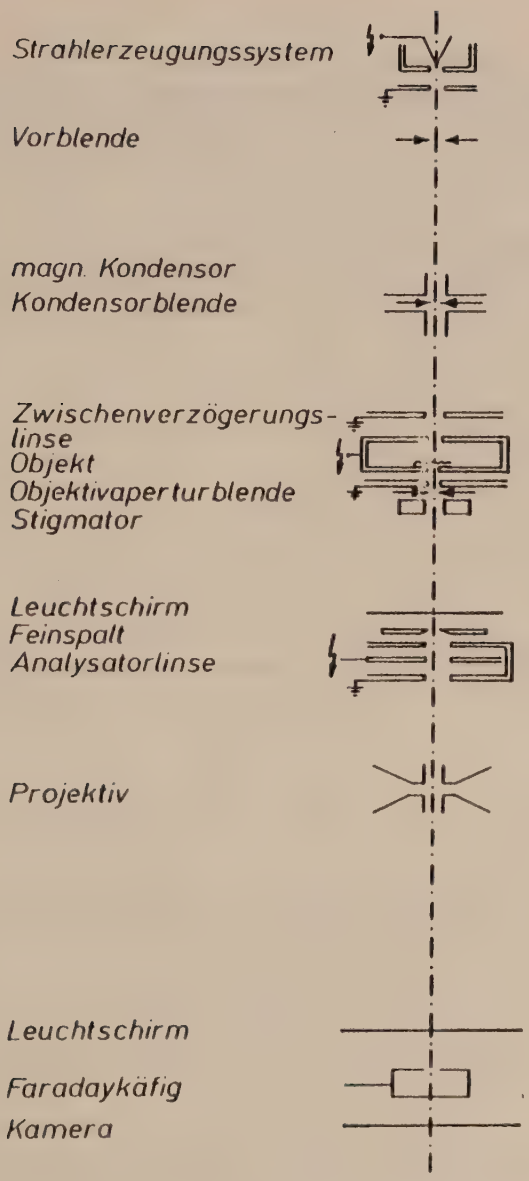

Abb. 16: Versuchsaufbau zur Energieanalyse des Hellfeldbildes

gestellt wird. Zur Justierung des Strahlenganges ist unter der Analysatorlinse ein magnetisches Projektiv mit verschiebbaren Polschuhen angeordnet. Darunter befinden sich zur Registrierung der Spektren Leuchtschirm, Faradaykäfig und Kamera, die je nach Wahl in den Strahlengang gebracht werden können. Mit dem Faradaykäfig lassen sich die elastisch und inelastisch gestreuten Bildelektronen getrennt messen. Inelastische Elektronen werden bis zu 200 eV Energieverlust erfaßt. Mit einer Spezialkamera können auf einer Photoplatte bis zu sechs Spektren aufgezeichnet werden.

4.2.1 Der Energieanalysator

In der Analysatorlinse wurden Zeiss-Isolatoren aus Keramik und Elektroden aus V2A-Stahl verwendet. Nach einer Feinpolitur der Elektroden mit Diamantpaste der Körnung 1 µm und sorgfältiger Reinigung erreicht man eine Hochspannungsfestigkeit der Analysator-Linse von 45 kV, so daß bei einer Betriebsspannung von 40 kV ausreichende Stabilität erreichbar war. Die Spaltweite der Mittelelektrode wurde so eingestellt, daß der Arbeitspunkt des Analysators bei Kathodenpotential lag.
Die gesamte Linse kann bei angelegter Spannung um die optische Achse gedreht und seitlich verschoben werden.
Die aus Neusilber gefertigten und mit 1µm Diamantpaste feinpolierten Spaltbacken wurden vor dem Einbau mit Hilfe eines Meßmikroskops parallel justiert.
Der Feinspalt läßt sich ebenfalls im Betrieb in zwei zueinander und zur optischen Achse senkrechten Richtungen verschieben und um die optische Achse drehen. Ferner läßt sich die Spaltweite kontinuierlich einstellen. Die gesamte Analysatoranordnung wird im Kaustikstrahlengang (Linienfokussierung 1. Ordnung) betrieben, da diese Betriebsart bezüglich Intensität und Auflösungsvermögen besonders vorteilhaft ist (26).

Die axiale Lage der Analysatorlinse wurde so gewählt, daß die Quelle (Aperturblende) unter einem kleineren Winkel als $5 \cdot 10^{-5}$ rad gesehen wird, da sonst eine Linienverbreiterung im Spektrum durch die Quellengröße nicht auszuschließen ist (27).
Die Dispersion des so angeordneten Energieanalysators beträgt 155 µm/V in der Registrierebene, so daß eine elektronenoptische Nachvergrößerung für die zu untersuchenden Spektren nicht erforderlich ist.
Zum Linearitätstest und zum Drucken von Eichmarken dienen mehrere 30 V und 9 V Batterien in Reihe zur Hochspannungszuführung der Analysatorlinse. Die Linearität der verwendeten Photoplatten (Scientia D56 von der Firma Agfa) zur Registrierung der Energiespektren ist bei den Aufnahmen gewährleistet.
Zur Auswertung der photographisch registrierten Spektren stand ein Scanning-Mikroskop-Photometer mit angeschlossenem Kleinrechner zur Verfügung (Axiomat der Fa. Carl Zeiss, Oberkochen). Dieses Photometer mit dem verwendeten Rechnerprogramm arbeitet bis zu einer Schwärzung von 1,5 linear.

4.3 Versuchsergebnisse

Für die 4 keV-Elektronenmikroskopie werden Kohlefolien benutzt. Grundsätzlich könnte man auch an Untersuchungen mit Berylliumschichten denken, da sie bis herunter zu ca. 5 nm Schichtdicke herstellbar sind (Engelauf (28), Hast (29, 30, 31)). Da aber Beryllium in Form von Dämpfen und als Staub hochgiftig ist, wird dieses Material in der Elektronenmikroskopie nur selten benutzt.
Da bei der Verwendung von Trägerfolien der Hauptanteil der inelastischen Streuprozesse in der Trägerschicht stattfindet, beschränken sich die weiteren Untersuchungen meist auf Kohlefolien, die keine weiteren Objekte tragen.
In Abb. 17 und 18 sind die Photometerkurven zweier Spektren

des Hellfeldbildes einer 3 nm dicken Kohlefolie abgebildet. Abb. 17 zeigt das Spektrum bei Verwendung der optimalen Aperturblende, was einer Apertur von $6,5 \cdot 10^{-3}$ rad entspricht (16) während Abb. 18 ohne die Verwendung einer Aperturblende aufgenommen wurde. Die Bohrung in der unteren Erd-Elektrode begrenzt den Aperturwinkel jetzt auf $\alpha_o = 2 \cdot 10^{-1}$ rad.
Das steile Maximum nahe am Ursprung der Abszissenskala wird von den Elektronen gebildet, die praktisch keine Energieverluste erlitten haben. Der übrige Teil des Spektrums, der bei Energieverlusten zwischen 20 und 30 eV ein flaches Maximum besitzt, wird von den inelastisch gestreuten Elektronen gebildet.
Ein Vergleich dieser Spektren zeigt, daß die inelastisch gestreuten Elektronen von der optimalen Aperturblende in der hinteren Brennebene des Objektivs fast vollständig aus dem Hellfeldbild entfernt werden.
In der folgenden Tabelle ist der prozentuale Anteil der inelastisch gestreuten Elektronen im Hellfeldbild in Abhängigkeit vom Aperturwinkel α_o eingetragen. Als Objekte dienten wieder 3 nm dicke Kohlefolien, die Durchstrahlungsenergie betrug 4 keV. Die Messungen wurden mit Hilfe eines Faradaykäfigs durchgeführt.

α_o [rad]	$I_{in}/(I_{el}+I_{in})$ %
$4,7 \cdot 10^{-3}$	3,7
$6,5 \cdot 10^{-3}$	5,6
$1,2 \cdot 10^{-2}$	15,0
$1,8 \cdot 10^{-2}$	22,7
$3,3 \cdot 10^{-2}$	40,0
$2,0 \cdot 10^{-1}$	86,2

I_{el} = Strom der elastisch gestreuten und ungestreuten Elektronen

I_{in} = Strom der inelastisch gestreuten Elektronen

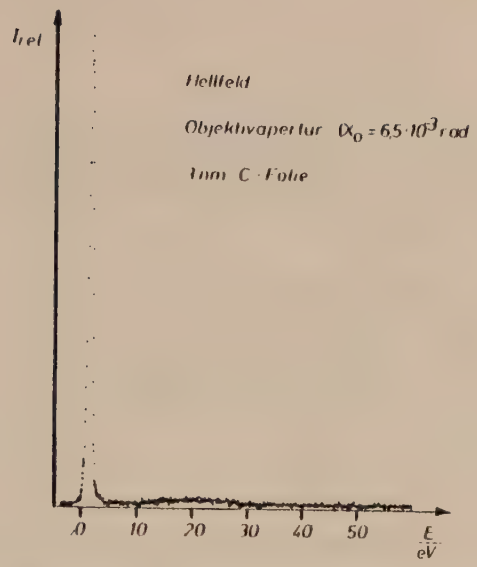

Abb. 17: Photometerkurve von einem Energie-Spektrum des Hellfeldbildes, bei optimaler Aperturblende mit 4 keV-Elektronen an einer 3 nm dicken Kohlefolie aufgenomme

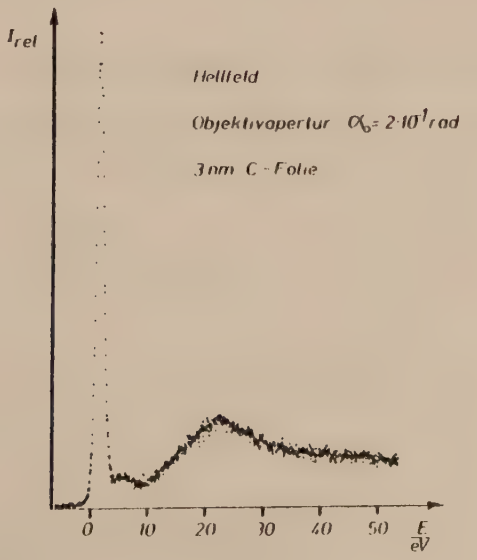

Abb. 18: Wie Abb. 17, nur mit größerer Aperturblende

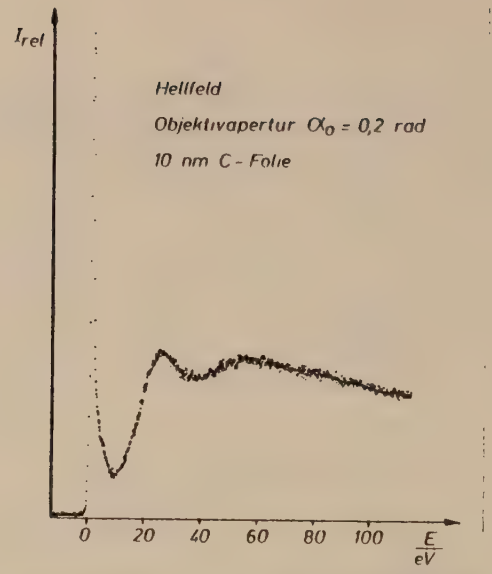

Abb. 19: Photometerkurve eines Energie-Spektrums vom Hellfeldbild ohne Aperturblende bei 4 keV-Elektronen an einer 10 nm dicken Kohlefolie aufgenommen

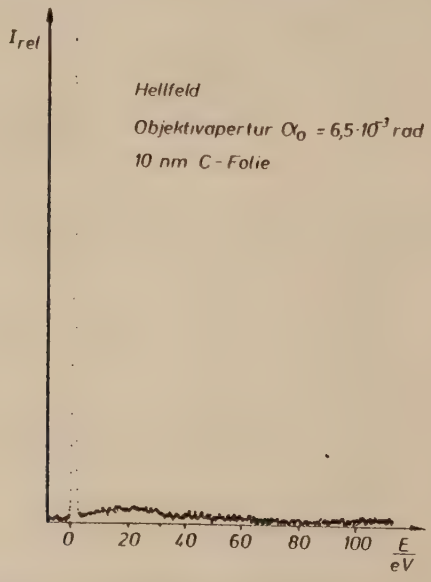

Abb. 20: Wie Abb. 19, jedoch mit optimaler Apertur

Nach Aufbringen von biologischen Objekten auf die Trägerfolien wurden keine Änderungen der gemessenen Werte festgestellt. Diese gemessenen Werte beziehen sich auf die Gesamtfläche. Eine Energie-Mikroanalyse war aus technischen Gründen nicht möglich.
Die Abb. 19 und 20 zeigen die Photometerkurven von Spektren des Hellfeldbildes mit 4 keV-Elektronen von Kohlefolien, deren Dicke 10 nm betrug (Schwingquarzmessung). Das Spektrum in Abb. 19 ist ohne Verwendung einer Aperturblende aufgenommen. An diesem Spektrum ist zu erkennen, daß bei dieser Schichtdicke die Wahrscheinlichkeit für Mehrfachstreuung nicht mehr vernachlässigt werden darf.
Abb. 20 zeigt die Verhältnisse nach Einbringung der optimalen Aperturblende. Man sieht, daß auch in diesem Fall die Aperturblende die meisten inelastisch gestreuten Elektronen ausblendet. Eine Messung des Bildstromes war nicht möglich, da die zu messenden Ströme unter 10^{-13} A lagen.

4.4 Winkelverteilung der inelastisch gestreuten Elektronen

Die Bildelektronen eines Transmissions-Elektronenmikroskops lassen sich in drei Gruppen unterteilen:

a) ungestreute Elektronen
b) elastisch gestreute Elektronen
c) inelastisch gestreute Elektronen

Die ungestreuten Elektronen durchdringen das Objekt ohne Richtungsänderung und ohne Energieverlust. Sie werden in der hinteren Brennebene des Objektivs auf die optische Achse fokussiert. Diese Elektronen durchlaufen die Objektivaperturblende in der hinteren Brennebene deshalb unbeeinflußt. Die elastisch gestreuten Elektronen werden durch das Objekt in einen Kegel mit großem Öffnungswinkel gestreut, so daß je

nach Aperturblenden-Durchmesser und Durchstrahlungsenergie mehr oder weniger elastisch gestreute Elektronen von der Aperturblende abgefangen werden.
Die unelastisch gestreuten Elektronen sind ebenfalls auf einen Kegel hinter dem Objekt beschränkt; sein Öffnungswinkel ist aber kleiner als der der elastisch gestreuten Elektronen. Diese Elektronen haben je nach Objektmaterial eine um 10 - 20 eV geringere Energie als der Primärstrahl. Deshalb werden die von einem gemeinsamen Objektpunkt ausgehenden inelastisch gestreuten Elektronen im Gegensatz zu den ungestreuten und elastisch gestreuten Elektronen nicht auf einen Bildpunkt fokussiert, sondern infolge des chromatischen Fehlers des Objektivs auf eine größere Fläche verteilt. Sie verursachen im Bild eine Untergrundintensität und somit eine Kontrastminderung.
Der charakteristische Energieverlust E_p von Elektronen beim Durchgang durch eine Kohlenstoffschicht wird als Anregung von Plasmaschwingungen beschrieben. Dabei wird zwischen Anregung im Innern der Schicht (Volumenverlust) und Anregung an der Oberfläche (Oberflächenverlust) unterschieden.
Bei innerer Anregung beträgt der Energieverlust $E_p = \hbar\omega_p$; worin h das Plancksche Wirkungsquantum und ω_p die Plasmafrequenz ist.
Die Anregung von Oberflächenschwingungen an sehr dünnen Schichten bewirkt eine Verschiebung des Intensitätsmaximums zu kleineren Werten hin, im Extremfall zu $\hbar\omega_p / \sqrt{2}$ (32). Diese Verschiebung konnte bei den aufgenommenen Spektren nicht beobachtet werden, so daß die Oberflächenverluste bei den weiteren Abschätzungen nicht berücksichtigt werden brauchen.
Hier ist von Interesse, welcher Bruchteil an inelastisch gestreuten Elektronen von der Aperturblende durchgelassen wird. Dazu wird, wie bei Schwertfeger (33), eine normierte Stromdichte eingeführt:

$$f_{in}(\alpha_o) = \frac{2\pi}{\sigma_{in}} \int_0^{\alpha_o} \frac{d\sigma_{in}(\vartheta)}{d\Omega} \sin\vartheta \, d\vartheta$$

Es bedeuten α_o = Aperturwinkel, σ_{in} = totaler inelastischer Streuquerschnitt, $\frac{d\sigma_{in}(\vartheta)}{d\Omega}$ = differentieller Streuquerschnitt.

Im Gegensatz zu Schwertfeger wird hier nicht auf den Gesamtstreuquerschnitt - Summe aus elastischem und inelastischem Streuquerschnitt - normiert.
Für die Winkelabhängigkeit des differentiellen Streuquerschnitts je Objektatom einer Plasmaanregung gilt nach Ferrell (34, 35)

$$\frac{d\sigma_{in}(\vartheta)}{d\Omega} = \frac{1}{2\pi a_o n} \cdot \frac{\vartheta_E}{\vartheta^2 + \vartheta_E^2} \, F(\vartheta)$$

mit $\vartheta_E = \frac{\hbar\omega_p}{2E_o}$, E_o = Energie der Primärelektronen, a_o = Bohrscher Radius und n = Atomzahldichte.
Dabei ist $F(\vartheta)$ die Ferrellfunktion, deren Wert für kleine ϑ praktisch gleich Eins ist und erst bei Annäherung an einen Abschneidewinkel ϑ_c (36) rasch abnimmt. Man macht daher bei der Abschätzung des inelastischen Streuquerschnitts σ_{in} und der normierten Stromdichte f_{in} keinen großen Fehler, wenn man für $\vartheta < \vartheta_c$ $F(\vartheta)$ gleich Eins und für $\vartheta \geq \vartheta_c$ $F(\vartheta)$ gleich Null setzt.
Nach Isaacson (38) kann für den Abschneidewinkel ϑ_c derjenige Winkel eingesetzt werden, für den beim klassischen inelastischen Elektron-Elektron-Stoß nach Energie- und Impulssatz die Energie $\hbar\omega_p$ übertragen wurde, d. h.

$$\vartheta_c \approx \sqrt{2\vartheta_E}$$

Für die normierte Stromdichte bei inelastischer Elektronenstreuung erhält man damit in Kleinwinkel-Näherung (ϑ_E, α_o, $\vartheta_c \ll 1$) nach Isaacson (37, 38)

$$f_{in}(\alpha_o) \approx \frac{\int_0^{\alpha_o} \frac{d\sigma_{in}}{d\Omega}\, 2\pi\vartheta\, d\vartheta}{\int_0^{\vartheta_c} \frac{d\sigma_{in}}{d\Omega}\, 2\pi\vartheta\, d\vartheta} \approx \frac{\ln(1+\frac{\alpha_o^2}{\vartheta_E^2})}{\ln(\frac{2}{\vartheta_E})}$$

In Abb. 21 ist die normierte Stromdichte $f_{in}(\alpha_o)$ in Abhängigkeit vom Winkel α_o für Kohlefolien mit einem Energieverlust von $\hbar\omega_p = 21$ eV dargestellt. Die Kurve a wurde für eine Durchstrahlungsenergie des Objektes von $E_o = 40$ keV nach obiger Formel berechnet, b stellt zum Vergleich eine genauer berechnete Winkelabhängigkeit für Kohlenstoff bei einer Strahlspannung von 40 kV nach Schwertfeger dar (33), und c wurde für die uns interessierende Durchstrahlungsenergie von $E_o = 4$ keV nach obiger Formel berechnet. Für $E_o = 4$ keV wird $\vartheta_E = 0{,}0026$ und $\vartheta_c = 0{,}072$.

Ein Mangel der Theorie von Ferrell und den darauf beruhenden Rechnungen von Isaacson ist, daß sie zwar das Verhalten der inelastischen Streuquerschnitte für kleine Streuwinkel $\vartheta \ll \vartheta_c$ gut beschreiben, aber in der Nähe von $\vartheta = \vartheta_c$ nur eine grobe Näherung darstellen und für $\vartheta > \vartheta_c$ völlig versagen. Im Gegensatz zur Kurve b in Abb. 21, bei der $f_{in}(\alpha_o)$ für große α_o stetig und kontinuierlich gegen Eins geht, haben die Kurven a und c einen Knick bei $\vartheta = \vartheta_c$ (für $\vartheta \geq \vartheta_c$ ist $f_{in}(\alpha_o) = 1$). Der kontinuierliche Übergang ist natürlich eine realistischere Beschreibung als das willkürliche Postulat eines "Abschneidewinkels" $\vartheta = \vartheta_c$. Im Gegensatz zur Theorie von Ferrell und den Rechnungen von Isaacson ist es also realistisch, anzunehmen, daß es, wenn auch relativ selten, durchaus auch inelastische Streuprozesse mit Streuwinkeln $\vartheta > \vartheta_c$ gibt.

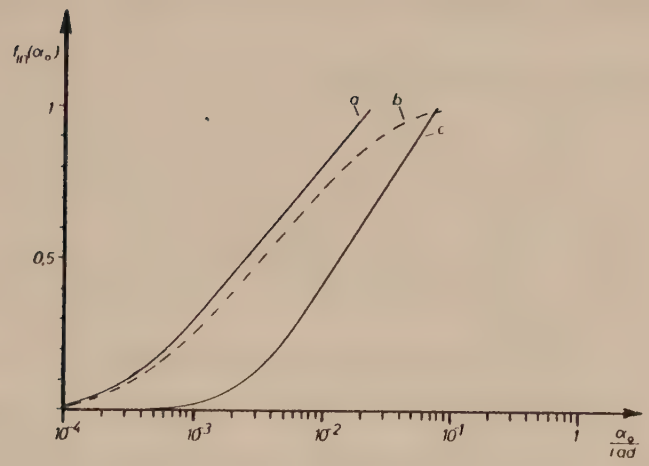

Abb. 21: Die normierte Stromdichte der unelastisch gestreuten Elektronen in Abhängigkeit von der Strahlspannung und dem Aperturwinkel a) Isaacson 40 kV, b) Schwertfeger 40 kV und c) Isaacson 4 kV

Abb. 21 zeigt, daß bei einer Durchstrahlungsenergie von 4 keV bei jedem Aperturwinkel der von der Aperturblende durchgelassene Bruchteil an unelastisch gestreuten Elektronen wesentlich geringer ist als bei E_o = 40 keV.

5. Dunkelfeldabbildung

5.1 Allgemeine Überlegungen

Die Möglichkeit der Dunkelfeldabbildung im Elektronenmikroskop ist seit langem bekannt, z. B. von Borries (39), Boersch (40) und von Ardenne (41).
Wesentliche Vorteile der Dunkelfeldabbildung sind:

1. bei sehr dünnen Folien ist der Kontrast höher als im Hellfeldbild,
2. der in manchen Fällen störende Phasenkontrast des Hellfeldbildes fällt weg (42).

Wegen der nichtlinearen Kontrastübertragung (Hanßen (43)) ist die Bildinterpretation bei der Dunkelfeldabbildung schwieriger als bei Hellfeld-Abbildung.
In letzter Zeit wird die Dunkelfeldabbildung auch für Hochauflösungsaufnahmen verwendet, z. B. von Stoeckenius (44) sowie Heinemann und Poppa (45).
Da die Erzielung hoher Kontraste im Bild dünner Objekte ein wesentliches Ziel der vorliegenden Arbeit ist, liegt es nahe, auch die Dunkelfeldabbildung mit dem Zwischenverzögerer näher zu untersuchen.
Wie bei der Hellfeldabbildung, so sollen nach Möglichkeit auch im elektronenoptischen Dunkelfeldbild möglichst keine inelastisch gestreuten Elektronen vorhanden sein, da sie zu einer Verschlechterung des Kontrastes und der Auflösung führen. Um auch für die Dunkelfeldabbildung eine Selektion der Elektronen durch die Aperturblende vornehmen zu können, wurde untersucht, welcher Anteil der elastisch gestreuten Elektronen von der Aperturblende bei Variation des Aperturwinkels durchgelassen wird.

5.1.1 Winkelverteilung der elastisch gestreuten Elektronen

Nach der Streuformel von Wentzel (46) berechnet sich der differentielle Streuquerschnitt $\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega}$ für elastische Elektronenstreuung zu

$$\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} = \frac{4Z^2R^4}{a_o^2} \frac{1}{(1 + \frac{\vartheta^2}{\vartheta_o^2})^2} \qquad (4.1)$$

mit $$\vartheta_o = \frac{\lambda o}{2\pi R} \qquad (4.2)$$

a_o = Bohrscher Atomradius
Z = Atomnummer
R = Atomradius
ϑ = Streuwinkel
λ_o = Wellenlänge der Elektronen

Wie bei der inelastischen Elektronenstreuung wird eine normierte Stromdichte $f_{el}(\alpha_o)$ für elastische Elektronenstreuung eingeführt:

$$f_{el}(\alpha_o) = \frac{2\pi}{\sigma_{el}} \int_0^{\alpha_o} \frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} \sin\vartheta d\vartheta \qquad (4.3)$$

mit dem elastischen Gesamtquerschnitt (46)

$$\sigma_{el} \approx 2\pi \int_0^{\infty} \frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} \vartheta \, d\vartheta \approx \frac{Z^2R^2\lambda_o^2}{\pi a_o^2} \qquad (4.4)$$

Man erhält schließlich für die normierte Stromdichte

$$f_{el}(\alpha_o) \approx \frac{1}{1 + \vartheta_o^2/\alpha_o^2} \qquad (4.5)$$

Der Wert des Atomradius R folgt durch Vergleich von Gl. (4.4) mit dem elastischen Streuquerschnitt σ_{el} aus Abb. 8 zu 0,28 Å. Dieser Wert ist in guter Übereinstimmung mit der von E. Williams (47) verwandten Näherungsformel $R = a_o Z^{-1/3}$, der für $Z = 6$ auf $R = 0{,}29$ Å führt.

Damit erhält man für 4 keV-Elektronen

$$\vartheta_o \approx 0{,}11 \text{ rad}$$

und für 40 keV-Elektronen

$$\vartheta_o \approx 3{,}5 \cdot 10^{-2} \text{ rad}$$

Damit läßt sich für diese beiden Energien die normierte Stromdichte in Abhängigkeit vom Aperturwinkel berechnen.

Abb. 22 zeigt die normierte Stromdichte $f_{el}(\alpha_o)$ in Abhängigkeit vom Aperturwinkel α_o für Kohlefolien. Kurve a wurde für 40 keV-Elektronen nach Gleichung (4.5) berechnet, b ist der Arbeit von Schwertfeger (33) für 40 keV-Elektronen entnommen, c wurde nach Gleichung (4.5) für 4 keV-Elektronen berechnet.

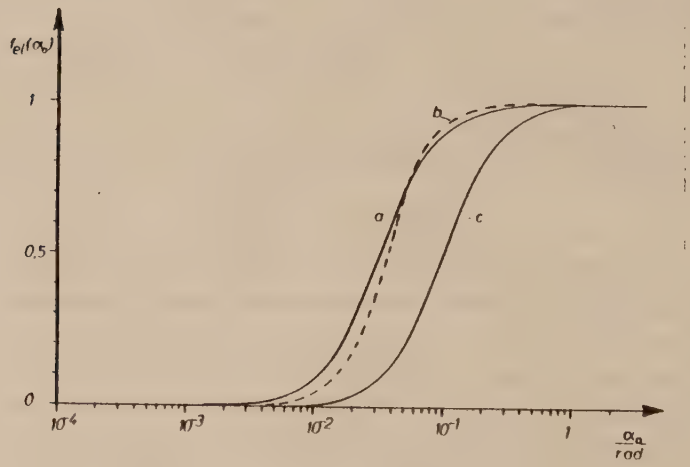

Abb. 22: Bruchteil der elastisch gestreuten Elektronen in Abhängigkeit vom Aperturwinkel α_o für Strahlspannungen von 40 keV (a und b) und 4 keV (c)

Abb. 22 zeigt, daß die Winkelverteilung der elastisch gestreuten Elektronen mit abnehmender Durchstrahlungsenergie breiter wird, so daß bei jedem Wert des Aperturwinkels α_o die normierte Stromdichte für 4 keV wesentlich kleiner ist als für 40 keV.
In Abb. 23 sind zum Vergleich die normierten Stromdichten für elastische und inelastische Elektronenstreuung an dünnen Kohlefolien bei einer Durchstrahlungsenergie von 4 keV in Abhängigkeit vom Aperturwinkel eingezeichnet.
Wie man Abb. 23 entnimmt, geraten bei Verwendung einer Dunkelfeldblende, die keine Elektronen mit Streuwinkeln $\vartheta < \vartheta_c$ durchläßt, praktisch keine inelastisch gestreuten Elektronen ins Bild. Da für 4 keV-Elektronen $\vartheta_c = 0{,}072$ ist, genügt es, keine um Winkel $\vartheta < 0{,}09$ gestreute Elektronen in den Raum hinter der Aperturblende zu lassen.

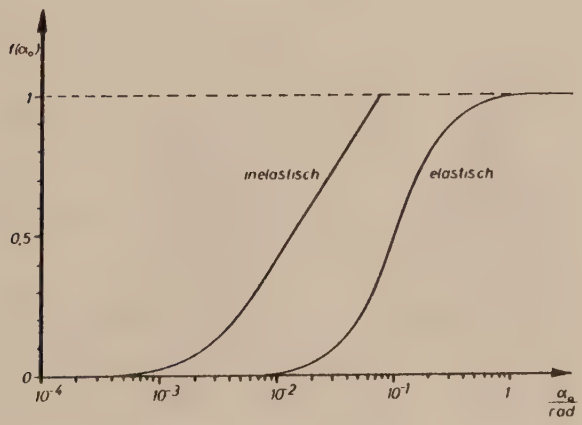

Abb. 23: Normierte Stromdichten f_{el} und f_{in} für elastische und inelastische Elektronenstreuung mit 4 keV-Elektronen an dünnen Kohlefolien in Abhängigkeit vom Winkel α_o

5.2 Zur experimentellen Technik der Dunkelfeldabbildung im Elektronenmikroskop

Die Ausblendung des Kernstrahls für die Dunkelfeldabbildung läßt sich durch verschiedene Strahlengänge realisieren. In Abb. 24 sind vier mögliche Strahlengänge dargestellt.

Das Verschieben der Objektivaperturblende aus ihrer axialen Lage wie im Fall a, so daß der Rand der Aperturblende den Kernstrahl abfängt, hat Nachteile. Dà die zur Abbildung gelangenden Elektronen das Objektiv außeraxial durchlaufen, machen sich die Linsenfehler stark bemerkbar.
Die einseitig gekippte Beleuchtung des Objektes wie im Fall b läßt sich ebenfalls in Elektronenmikroskopen leicht verwirklichen. Hier ist jedoch die Rotationssymmetrie der Abbildungsbedingungen verletzt, und es kann durch einseitige Aufladungen auf der Blende leicht zu Störungen des Bildes kommen. Ferner hängen bei dieser Abbildungsart die Übertragungseigenschaften nicht nur vom Betrag des Ortsfrequenzvektors ab, sondern es ist durch die Kipprichtung des Beleuchtungsstrahles ein Azimut gegenüber allen anderen ausgezeichnet. Ein weiterer Nachteil dieser beiden Strahlengänge ist, daß ein relativ großer Teil der gestreuten Elektronen von der Blende abgefangen wird, so daß eine geringe Bildstromdichte und damit lange Belichtungszeiten in Kauf genommen werden müssen.
Mit der Verwendung einer ringförmigen Objektiv-Aperturblende wie im Fall c erhält man zwar größere Bildstromdichten, jedoch hat man außeraxial verlaufende Strahlen, was vor allem beim Zwischenverzögerer zu erheblichen Schwierigkeiten führt. Durch die großen Aperturwinkel ($>10^{-1}$ rad) würden die Elektronen sehr nahe an den Bohrungsrändern der Elektroden vorbeilaufen, so daß schon geringe Verunreinigungen die Bildqualität erheblich beeinträchtigen würden.
Als geeignetste Dunkelfeldmethode ergibt sich die hohlkegelförmige Beleuchtung wie im Fall d. Dabei wird das Objekt mit

einem Hohlkegel, dessen Kegelspitze mit dem Objekt zusammenfällt, beleuchtet. Da bei dieser Beleuchtungsmethode ein großer Öffnungswinkel verwendet wird, handelt es sich hier um

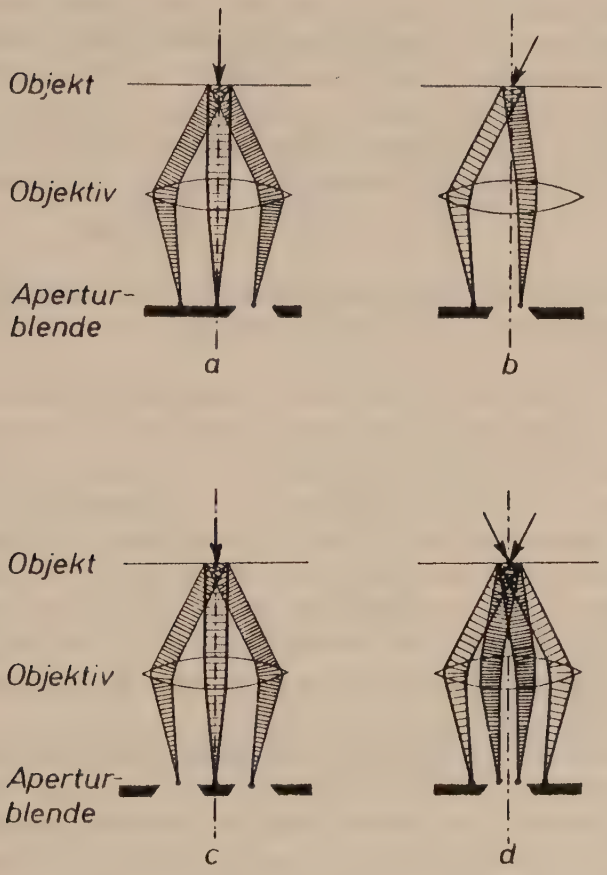

Abb. 24: Strahlengänge für Dunkelfeldabbildung
a) Verschieben der Objektivaperturblende
b) einseitig gekippte Beleuchtung
c) ringförmige Aperturblende
d) hohlkegelförmige Beleuchtung

nahezu inkohärente Beleuchtung des Objektes. Damit kann nach F. Lenz (48) ein besseres Auflösungsvermögen erreicht werden. Die beiden Strahlengänge in Hellfeldabbildung und Dunkelfeldabbildung unterscheiden sich nach dem Objekt nicht mehr, deshalb kann zuerst in Hellfeldabbildung der axiale Astigmatismus korrigiert und dann auf Dunkelfeldabbildung umgeschaltet werden. Mit diesem Strahlengang erhält man einen größeren Bildstrom als bei a und b. Da die Vorteile für den Zwischenverzögerer bei der hohlkegelförmigen Beleuchtung am größten sind, wird im weiteren dieser Strahlengang verwendet.

5.3 Beschreibung des Strahlengangs bei hohlkegelförmiger Beleuchtung für den Zwischenverzögerer

In Abb. 25 ist der im Experiment eingestellte Strahlengang für hohlkegelförmige Beleuchtung unter Verwendung eines magnetischen Kondensors dargestellt.
Durch die in der Mitte des magnetischen Kondensorpolschuhsystems angeordnete Ringblende wird der engste Bündelquerschnitt des Strahlerzeugers in die zum Objekt konjugierte Ebene des Vorfeldes abgebildet. Durch das Vorfeld wird diese dann auf das Objekt verkleinert. Somit wird das Objekt mit einem Hohlkegel, dessen halber Öffnungswinkel θ beträgt, beleuchtet.
Um die inelastisch gestreuten Elektronen aus dem Bild fernhalten zu können, ist die Kenntnis der Größe des Öffnungswinkels wichtig. Nun hängen aber die Kardinalelemente von Vorfeld und Objektivfeld und damit auch der Öffnungswinkel des Hohlkegels von der Durchstrahlungsenergie E_o ab.
Aus den in § 5.4 angeführten Gründen mußte der Durchmesser der oberen Faradaykäfigbohrungen vergrößert werden. Damit konnten die von Stolz (15, 16) berechneten Kardinalelemente des Vorfeldes nicht für die Berechnung des Öffnungswinkels des Hohlkegels verwendet werden. Der Öffnungswinkel läßt

sich aber näherungsweise mit Hilfe der Kardinalelemente des Obejktivfeldes experimentell bestimmen.

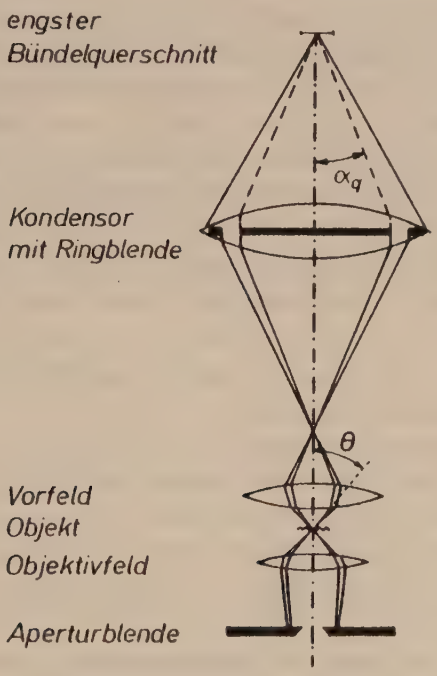

Abb. 25: Strahlengang für hohlkegelförmige Beleuchtung in einem Elektronenmikroskop mit Zwischenverzögerer und magnetischem Kondensor

5.3.1 Bestimmung des halben Öffnungswinkels θ für hohlkegelförmige Beleuchtung und Untersuchungen am Vorfeld des Zwischenverzögerers

Aus der Brennweite des Objektivfeldes und dem Durchmesser der Objektiv-Aperturblende läßt sich die Objektivapertur α_o zu $\alpha_o = r/f$ mit f = objektseitiger Brennweite und r = Radius der Aperturblendenbohrung berechnen. Da aber Dunkelfeldabbildung erst dann einsetzt, wenn die verwendete Aperturblende den Öffnungswinkel des Bestrahlungshohlkegels abfängt, läßt sich durch Verändern von E_o die Brennweite f und damit der Öffnungswinkel variieren, bis die verwendete Aperturblende gerade den Hohlkegel abfängt, so daß noch ein Dunkelfeld erhalten wird. Es gilt dann $\alpha_o \approx \theta$. Durch Verwenden von verschiedenen Objektivaperturblenden erhält man die Abhängigkeit des Öffnungswinkels von der Durchstrahlungsenergie.

Bei jeder Einzelmessung wurde die Linsenstärke des Kondensors so eingestellt, daß der engste Bündelquerschnitt auf das Objekt abgebildet wurde, d. h. auf maximale Bildhelligkeit. Ferner wurde das Objekt jeweils durch axiale Verschiebung scharfgestellt und die Objektivblende in die hintere Brennebene des Objektivs gebracht.

Der Durchmesser der Aperturblendenbohrungen wurde mit Hilfe eines Meßmikroskops auf 1 µm genau bestimmt. Der Meßfehler der Hochspannungsmessung betrug 2 %.

Da drei verschiedene Kondensor-Ringblenden zur Verfügung standen, sind in der nächsten Tabelle ihre genauen Abmessungen zusammengestellt.

	Blende 1	Blende 2	Blende 3
D_1	2610 µm	1895 µm	849 µm
D_2	2300 µm	1593 µm	609 µm

D_1 = äußerer Durchmesser des Rings

D_2 = innerer Durchmesser des Rings

Die Blenden 2 und 3 bestehen aus Kupfer und die Blende 1 aus einer Platin-Iridium-Legierung. Nur die Ringzone zwischen $r = D_1/2$ und $D_2/2$ ist durchlässig.
Die Reinigung der Kupferblenden erfolgt vor ihrer Verwendung mittels einer Mischung aus Ammoniak und Wasserstoffperoxid im Mischungsverhältnis 1 : 1. Bei der Platin-Iridium-Blende genügt eine Reinigung durch Ausglühen mittels einer Alkoholflamme.
Die Abhängigkeit des Öffnungswinkels von der Strahlspannung ist in Abb. 26 für die Verwendung der drei verschiedenen Ringblenden dargestellt. Jeder der eingezeichneten Meßpunkte entspricht einer der Objektiv-Aperturblenden.

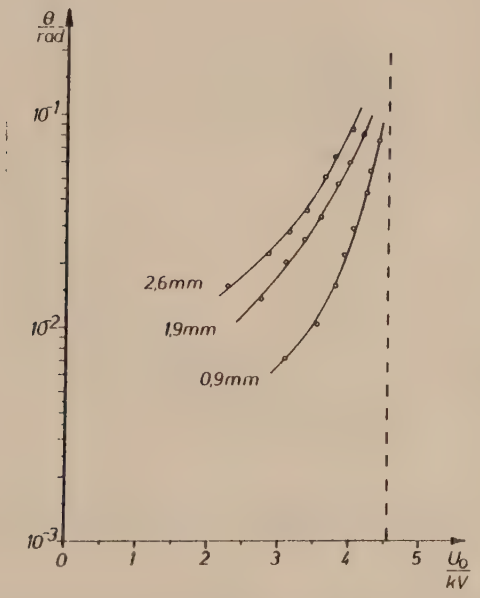

Abb. 26: Experimentell bestimmte Abhängigkeit des halben Öffnungswinkels θ von der Strahlspannung U_o und vom äußeren Durchmesser der Kondensor-Ringblende

Aus Abb. 26 entnimmt man, daß bei Verwendung der größten Ringblende eine Durchstrahlungsenergie von 4,1 keV notwendig ist, um einen halben Öffnungswinkel θ von 10^{-1} rad zu erreichen. Bei U_o = 4,55 kV wird die Quelle mit dem Vorfeld allein, also bei ausgeschaltetem Kondensor, auf das Objekt abgebildet.

Für elektronenoptische Abbildungssysteme gilt der Satz von Helmholtz und Lagrange, daß das Produkt aus Angularvergrößerung und Lateralvergrößerung gleich der Wurzel aus dem Verhältnis der Potentiale in der Ding- und der Bildebene ist. Wendet man diesen Satz auf die Abbildung des engsten Bündelquerschnitts auf die Objektebene an, so erhält man mit der Angularvergrößerung θ/α_q und der Lateralvergrößerung r_B/r_q

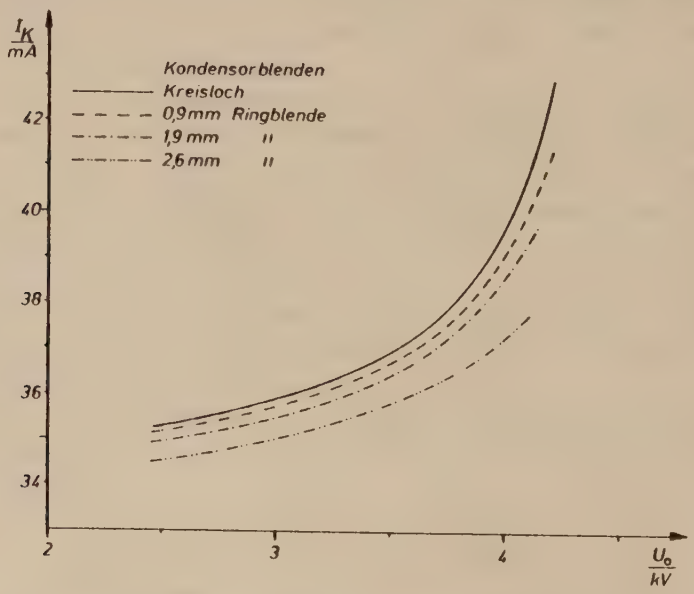

Abb. 27: Der einzustellende Kondensorstrom I_K in Abhängigkeit von der Durchstrahlungsspannung U_o für drei verschiedene Ringblenden und eine Kreislochblende

$$r_B = \frac{\alpha_q \, r_q}{\theta} \sqrt{\frac{U_B}{U_o}}$$

Dabei ist r_B der Radius der bestrahlten Fläche auf dem Objekt, r_q der Quellenradius, U_B die Beschleunigungsspannung des Strahlerzeugers, U_o die Durchstrahlungsspannung und α_q die Beleuchtungsapertur der Ringblende (siehe Abb. 25).

Da die Angularvergrößerung sehr groß ist, wird die Quelle stark verkleinert auf das Objekt abgebildet. Für Strahlerzeuger mit Spitzenkathode mit $r_q \approx 10$ µm wird somit bei $\theta = 10^{-1}$ rad unter den gegebenen Verhältnissen im Elektronenmikroskop

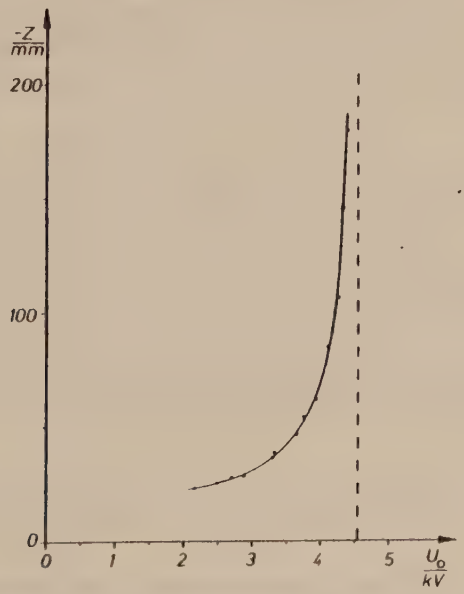

Abb. 28: Lage der zur Objektebene konjugierten Ebene des Vorfeldes des Zwischenverzögerers in Abhängigkeit von der Durchstrahlungsspannung

in Übereinstimmung mit den Experimenten ein Radius $r_B \approx 1$ µm erreicht. Man hat also bei Verwendung von Spitzenkathoden keine gleichmäßige Ausleuchtung des Objektes. Deshalb wurde mit Haarnadelkathoden gearbeitet, die bekanntlich einen um den Faktor 10 größeren engsten Bündelquerschnitt haben als Spitzenkathoden.

In Abb. 27 ist der für hohlkegelförmige Beleuchtung einzustellende Kondensorstrom I_K in Abhängigkeit von der Strahlspannung U_o für die drei verschiedenen Ringblendengrößen dargestellt. Ebenso ist für eine Kreislochblende von 75 µm im Durchmesser der Kondensorstrom für eine zweistufige Abbildung der Quelle auf das Objekt eingetragen. Daß der zur hohlkegelförmigen Beleuchtung benötigte Kondensorstrom mit zunehmendem Durchmesser der Ringblende bei konstant gehaltener Spannung U_o kleiner wird, ist eine Folge davon, daß die Brechkraft aller Linsen wegen des Öffnungsfehlers mit zunehmendem Öffnungswinkel zunimmt.

Mit Hilfe eines Objektes zwischen Vorfeld und Kondensor, dessen verschiebbare axiale Lage meßbar ist, läßt sich bei Verwendung der Kreislochblende im Kondensor die Lage der zur Objektebene konjugierten Ebene des Vorfeldes in Abhängigkeit von der Durchstrahlungsenergie experimentell bestimmen. Die axiale Lage dieses Objektes konnte mit einer Genauigkeit von 0,1 mm bestimmt werden. Die Hochspannungsmessung war mit einem Fehler von 2 % behaftet. Die erhaltenen Meßpunkte sind in Abb. 28 eingetragen.

5.4 Experimentelle Ergebnisse der Dunkelfeld-Mikroskopie

Nach Umbau des Elektronenmikroskops auf hohlkegelförmige Beleuchtung zeigte sich, daß der verwendete Elmiskop-Kondensor der Fa. Siemens in der bestehenden Form nicht besonders geeignet war.
Damit die größte Ringblende ausgeleuchtet werden konnte, mußte das aus Bronze gefertigte Polschuhhalterungsrohr aufge-

bohrt und die Vorblende entfernt werden. Durch einige in der Nähe des weit außeraxial verlaufenden Strahlenganges gelegenen leicht magnetische Teile entstand ein starker Astigmatismus der Abbildung der Ringblende. Deshalb wurden die aus Messing gefertigten Teile im Kondensor durch solche aus ausgesuchter unmagnetischer Bronze ersetzt. Ebenso mußte die Vernickelung der Blendenverschiebung entfernt werden. Auch die Anode im Strahlerzeugersystem wurde durch eine aus unmagnetischem Stahl hergestellte Anode ersetzt.
Die Bohrung der oberen Faradaykäfigelektrode mußte auf 3 mm im Durchmesser vergrößert werden, damit sie auch bei großem Öffnungswinkel den Strahlengang nicht behindert.
Zunächst wird das Mikroskop in Hellfeldabbildung auf Achse justiert und der axiale Astigmatismus korrigiert. Durch Einfahren der Ringblende und entsprechende Wahl des Kondensorstromes wird dann auf Dunkelfeldabbildung umgeschaltet. Bei Defokussierung des Kondensors erscheint bei Dunkelfeldabbildung das Bild der Ringblende auf dem Objekt. In diesem Betriebszustand läßt sich die Ringblende zur optischen Achse zentrieren: Kriterium für richtige Zentrierung der Ringblende ist eine konzentrische Kontraktion und Expansion des Ringblendenbildes bei Variation des Kondensorstromes.
Es zeigte sich, daß beim Umschalten von Hellfeldabbildung auf Dunkelfeldabbildung das zuvor kontrastreiche Bild in der Dunkelfeldabbildung kontrastärmer wird. Interessant ist, daß der Fokus bei einer um 10 - 30 Volt erhöhten Durchstrahlungsspannung lag als beim Hellfeldbild. Eine Energieanalyse des Dunkelfeldbildes gibt eine Erklärung für diesen Sachverhalt.

5.5 Energieanalyse des Dunkelfeldbildes von Kohlefolien

Der zur Energieanalyse des Dunkelfeldbildes verwendete Versuchsaufbau entspricht nach dem Objekt dem Aufbau für die Energieanalyse des Hellfeldbildes.
Die in Abb. 29 dargestellten Spektren wurden mit zwei verschiedenen Ringblenden, was bei gleicher Durchstrahlungsenergie E_o = 4,1 keV zu zwei verschiedenen Öffnungswinkeln des Hohlkegels führt, aufgenommen. Als Objekt diente eine etwa 3 nm dicke Kohlefolie.
Wie man den beiden Spektren entnimmt, wird zwar der Anteil der elastisch gestreuten Elektronen mit Zunahme des halben Öffnungswinkels θ größer, aber selbst bei θ = 10^{-1} rad setzt sich das elektronenoptische Bild noch zu einem wesentlichen Anteil aus inelastisch gestreuten Elektronen zusammen, wo-

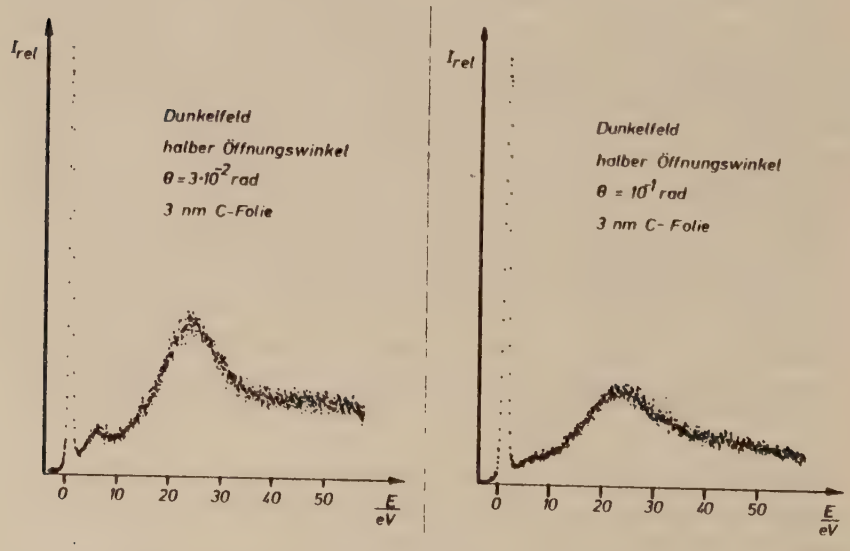

Abb. 29: Energiespektren der Dunkelfeldelektronen bei zwei verschiedenen Öffnungswinkeln des Hohlkegels

durch die leichte Defokussierung zwischen Hell- und Dunkelfeldabbildung zu erklären ist. Wegen der großen Energiebreite der inelastisch gestreuten Elektronen erhält man ein kontrastarmes Dunkelfeldbild.
Ein effektiveres Ausblenden der inelastisch gestreuten Elektronen wäre im Prinzip von einer weiteren Vergrößerung des Öffnungswinkels 2 θ zu erwarten. Nach Abb. 26 wäre dies durch eine Erhöhung der Durchstrahlungsenergie leicht möglich. Dabei kommt aber der Primärkegel den Rändern der Elektrodenbohrungen im Objektivfeld sehr nahe. Infolge nicht zu vermeidender Verunreinigungen an den Bohrungsrändern und magnetischer Inhomogenitäten führt dies zu astigmatischen Störungen der Abbildung des Primärkegels und damit zu Überstrahlungen im Dunkelfeldbild. Ferner wird das Objekt dann nicht mehr gleichmäßig ausgeleuchtet, denn bei $\theta = 10^{-1}$ rad kann die bestrahlte Fläche mit einem Radius von etwa 10 µm nur etwa zur Hälfte als gleichmäßig ausgeleuchtet angesehen werden. Deshalb konnte nur bei höheren Vergrößerungen (10 000-fach) gearbeitet werden. Eine weitere zweifache Vergrößerung des Öffnungswinkels würde dazu führen, daß erst ab etwa 20 000-facher Vergrößerung eine gleichmäßige Ausleuchtung des Bildes zu erwarten ist. Deshalb schien es nicht sinnvoll, durch Abänderung des Objektivfeldes auf noch größere Öffnungswinkel überzugehen.

5.6 Beispiele für die Dunkelfeldabbildung

Die beiden nächsten Abbildungen demonstrieren zwei Anwendungsbeispiele für die Dunkelfeldabbildung mit langsamen Elektronen. Abb. 30 zeigt auf Kupfernetze aus Rauch aufgefangene ZnO-Kristallite, die wegen des Fehlens einer Trägerschicht gut abgebildet werden. Man erkennt an den Bildern, daß praktisch nur Elektronen, die an den Rändern der Kristallite gestreut werden, das Bild erzeugen.

Abb. 30: Dunkelfeldbild von ZnO-Kriställchen im Zwischenverzögerer

Abb. 31 zeigt noch eine Kohlefolie, auf welche NaF aufgedampft wurde. NaF bildet sehr große Körner, so daß man eine Auflösung von etwa 40 nm ablesen kann. Die Dicke der Kohlefolie betrug 3 nm.

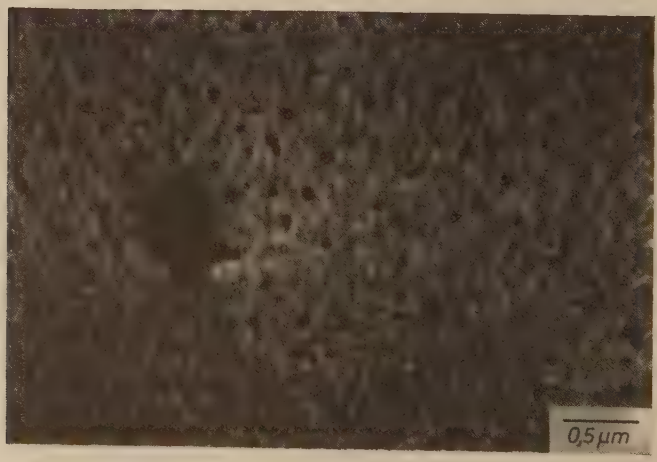

Abb. 31: Dunkelfeldbild einer C-Folie mit aufgedampftem NaF

6. Anwendungsbeispiele für die Hellfeldabbildung

Abb. 32 zeigt unkontrastierte Plasmid-DNS, die auf eine dünne Kohlefolie aufgebracht wurde. Die Durchstrahlungsenergie der Elektronen betrug 4 keV.
In Abb. 33 wird an einem unkontrastierten Dünnschnitt durch ein Colibakterium der hohe Kontrast von langsamen Elektronen demonstriert.
Als letztes Beispiel zeigt Abb. 34 einen undekorierten Kohleabdruck eines Steinsalzkristalls mit 4 keV-Elektronen aufgenommen.

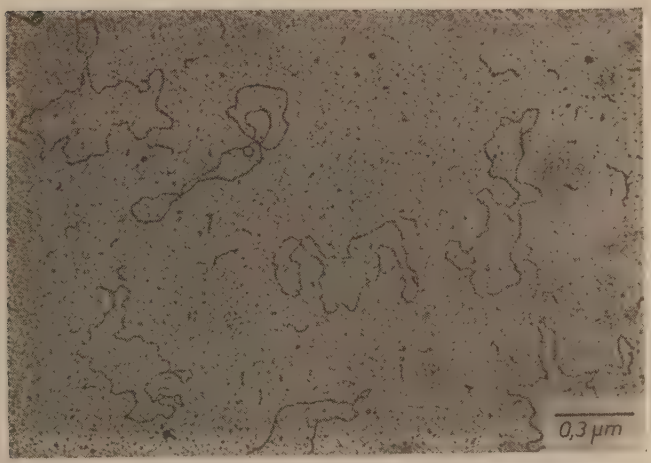

Abb. 32: Unkontrastierte Plasmid-DNS auf Kohlefolie mit 4 keV-Elektronen

Abb. 33: Unkontrastierter Dünnschnitt durch ein Coli-Bakterium

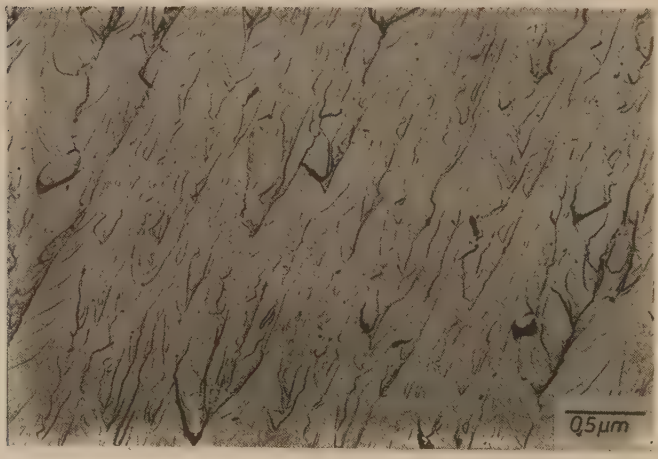

Abb. 34: Undekorierter Kohleabdruck eines Steinsalz-Kristalls, aufgenommen mit 4 keV-Elektronen

7. Zusammenfassung

Die Feinstruktur von Fresnelschen Beugungssäumen in elektronenoptischen Niederspannungs-Bildern wurde theoretisch und experimentell mit dem Zwischenverzögerer untersucht. Es zeigte sich, daß die Lage und der Intensitätsverlauf der Maxima und Minima von Beugungssäumen an feinen Löchern in Kohlefolien von 4 nm Dicke bei 3,75 keV Durchstrahlungsenergie und einer Defokussierung von 6 µm mit den theoretischen Werten übereinstimmen. Diese theoretischen Werte entnimmt man der von F. Lenz modifizierten Cornu-Spirale unter Verwendung des von M. Keller experimentell bestimmten inneren Potentials von 7,8 V und dem totalen Streuquerschnitt von 0,33 $\mathring{A}^2$.

Um die Deutung von Niederspannungs-Bildern mit 4 keV-Elektronen zu erleichtern, wurde mit dem elektrostatischen Analysator die Energieverteilung der Elektronen zunächst im Hellfeldbild gemessen. Bei einer optimalen Objektivapertur von $\alpha_o = 6{,}5 \cdot 10^{-3}$ rad und einer Brennweite des Objektivs von f = 1,6 mm betrug der inelastische Anteil an 3 nm dicken Kohlenstoff-Schichten nur 6 % der gesamten Bildelektronen. Eine theoretische Deutung dieses Befundes wird mittels der Streutheorie von Ferrell gegeben.
Der Theorie der Winkelverteilung der elastisch und inelastisch gestreuten Elektronen entnimmt man, daß bei der Dunkelfeldabbildung zur Vermeidung eines großen Anteils an störenden chromatisch gestreuten Elektronen der Winkel des beleuchtenden Elektronenstrahls zu der optischen Achse > $9 \cdot 10^{-2}$ rad gewählt werden muß. Eine Messung der Energieverteilung der Elektronen im Dunkelfeldbild bei Beleuchtungswinkeln bis 0,1 rad ergab, wie theoretisch erwartet, eine Zunahme des Anteils der elastisch gestreuten Elektronen bei größer werdendem Öffnungswinkel des Hohlkegels. Eine noch effektivere Verringerung des Anteils der inelastisch gestreuten Elektronen durch weitere Vergrößerung des Öffnungswinkels ließ sich aber wegen der ungün-

stigen elektronenoptischen Eigenschaften der Vorfeldlinse nicht realisieren.
Einige Dunkelfeldbilder zeigen jedoch, daß sich prinzipiell auch dieses Abbildungsverfahren mit dem Zwischenverzögerer realisieren läßt.
Der hohe Kontrast des Hellfeldbildes in der Niederspannungsmikroskopie wird bei einer Auflösung von 2,5 nm an ungefärbten DNS-Molekülen, einem unkontrastierten biologischen Dünnschnitt und einem undekorierten Kohleabdruck eines NaCl-Kristalls demonstriert. Bei den üblichen elektronenmikroskopischen Abbildungsverfahren, die bei höheren Spannungen arbeiten, wären die Bilder solcher Objekte ohne Schwermetall-Kontrastierung bzw. "Dekoration" extrem kontrastarm. Die Elektronenmikroskopie mit Zwischenverzögerer bietet somit die Möglichkeit, eine Vielzahl von Objekten unter Vermeidung von Präparationsmethoden kontrastreich abzubilden, die schwerwiegende Eingriffe in die ursprünglichen Objekteigenschaften mit sich bringen.

Für die Anregung und stete Förderung dieser Arbeit und für viele wertvolle Hinweise danke ich Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt sehr herzlich. Ferner möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. F. Lenz für viele förderliche Gespräche bedanken. Für die hilfreiche Unterstützung bei Problemen zur Energieanalyse sei Herrn Prof. Dr. K. H. Gaukler recht herzlich gedankt. Herrn Dipl.-Phys. M. Brück bin ich für die Messungen mit der ESCA-Sonde zu Dank verpflichtet. Für die Überlassung von biologischen Präparaten möchte ich mich an dieser Stelle bei Herrn Prof. Dr. Kleinschmidt (Universität Ulm) und Herrn Dr. Frank (MPI für Virusforschung) bedanken. Weiterhin sei den technischen Mitarbeitern des Instituts für Angewandte Physik für die Präzision der ausgeführten Arbeiten gedankt.

8. Literaturverzeichnis

1) Borries, B. von, E. Ruska, Z. Phys. 116 (1940) 249
2) Leisegang, S., Handb. d. Phys. 33 (1956) 501
3) Borries, B. von, Z. Naturforschung 4a (1949) 51
4) Nixon, W. C., 6. Int. Kongr. f. Elektr. Mikr. Berlin 1958, Bd. I, 302
5) Dorsten, A. C. van, H. F. Premsela, Europ. Reg. Conf. Electr. Micr. Delft 1960, Vol. I, 101
6) Wilska, A. P., Europ. Reg. Conf. Electr. Micr. Delft, 1 (1960) 105
7) Wilska, A. P., 5th Int. Congr. Electr. Micr. Philadelphia (1962) D-6
8) Wilska, A. P., Int. Congr. Electr. Micr. Prag, Vol. A (1964) 29
9) Wilska, A. P., 7iéme Congr. Int. de Micr. Electr., Grenoble, 1 (1970) 149
10) Dorsten, A. C. van, Laboratory Investigation 14 (1965) 819
11) Möllenstedt, G., Optik 12 (1955) 441
12) Heinemann, K., Tagung f. Elektr.mikr. Aachen, 1965, E 2
13) Heinemann, K., G. Möllenstedt, Optik 26 (1967) 11
14) Stolz, H., G. Möllenstedt, Optik 33 (1971) 35
15) Stolz, H., Optik 52 (1978/79) 369
16) Stolz, H., Optik 53 (1979) 35
17) Vertsner, V. N., Y. F. Shchetnev, Sov. J. Opt. Technol. 34 (1967) 195
18) Weimer, E., Tüb. Diplomarbeit 1977
19) Hillier, J., E. G. Ramberg, J. Appl. Phys. (1946) 48
20) Lenz, F., Z. Phys. 164 (1961) 425
21) Keller, M., Tüb. Dissertation 1960
22) Brünger, W., W. Menz, Z. Phys. 184 (1965) 271
23) Steinhard, R. G., Phys. Rev. B 5, 3 (1972) 1016
24) Fink, M., A. C. Yates, Technical Report 88 (1970)
25) Nagata, F., K. Hama, J. of Electr. Micr. 20 (1971) 172
26) Gaukler, K. H , Z. Phys. 196 (1966) 85

27) Ohno, T., J. of the Phys. Soc. of Jap. 32, 6 (1972) 1587
28) Engelauf, P., Tüb. Dissertation 1981
29) Hast, N., Nature 159 (1947 a) 354
30) Hast, N., Nature 159 (1947 b) 370
31) Hast, N., Nature 162 (1948) 892
32) Ritchie, R. H., Phys. Rev. 106, 5 (1957) 874
33) Schwertfeger, W., Tüb. Dissertation 1974
34) Ferrell, R. A., Phys. Rev. 101, 2 (1956) 554
35) Ferrell, R. A., Phys. Rev. 107, 2 (1957) 450
36) Watanabe, H., J. Phys. Soc. Jap. 11 (1956) 112
37) Isaacson, M., M. Utlaut, Optik 50, 3 (1978 a) 213
38) Isaacson, M., Scan. Electr. Micr. Vol. I (1978) 766
39) Borries, B. von, E. Ruska, Z. VDI 79 (1935) 519
40) Boersch, H., Z. Phys. 107 (1937) 493
41) Ardenne, M. von, Z. Phys. 115 (1940) 339
42) Thon, F., Electr. Micr., Rom 1 (1968) 127
43) Hanßen, K. J., Z. angew. Phys. 27 (1969) 125
44) Stoeckenius, W., Soc. Franc. de Micros. Electr. Grenoble (1970) 599
45) Heinemann, K., H. Poppa, Appl. Phys. Let. 16, 12 (1970) 515
46) Wentzel G., Z. Phys. 40 (1927) 590
47) Williams E., Proc. Roy. Soc. 1, 169 (1939) 531
48) Lenz, F., A. P. Wilska, Optik 24 (1966/67) 383

Lebenslauf

22.9.1948	geboren in Reutlingen-Betzingen Vater: Theodor Krimmel Mutter: Mathilde Krimmel geb. Zimmermann
1955 - 1963	Volksschule in Reutlingen-Betzingen mit Volksschulabschluß
1963 - 1966	Ausbildung zum Fernmeldemonteur bei Telefonbau u. Normalzeit Lehner & Co., Reutlingen
1966 - 1967	Praktische Tätigkeit im erlernten Beruf bei derselben Firma in Stuttgart
1967 - 1968	Berufsaufbauschule Reutlingen Abschluß: Fachschulreife
1968 - 1970	Technische Oberschule in Stuttgart Abschluß:fachgebundene Hochschulreife
1970	Beginn des Physikstudiums an der Universität Tübingen
1972	Vordiplom in Physik
1975 - 1977	Diplomarbeit am Institut für Angewandte Physik Tübingen "Der Zwischenbeschleuniger mit zwei voneinander unabhängigen Hochspannungsanlagen betrieben" unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt
16.7.1976	Eheschließung mit Helga Ott

1978	Diplomhauptprüfung
1978 - 1981	Arbeit an der vorliegenden Dissertation: "Feinstruktur der Fresnelschen Beugungssäume und Energieanalyse von Hell- und Dunkelfeld-Bildern in der Niederspannungs-Elektronenmikroskopie" unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt am Institut für Angewandte Physik der Universität Tübingen
1978 - 1981	Wissenschaftlicher Angestellter am Institut für Angewandte Physik Tübingen
8.4.1979	Geburt der Tochter Melanie

Meine akademischen Lehrer waren die Herren Professoren und Dozenten:

Baumann, Dähn, Gaukler, Gönnenwein, Grölz, Hewers, Kasper, Kramer, Krüger, Lenz, Lindner, Mack, Mertens, Möllenstedt, Mühleisen, Nagel, Riecke, Schief, Schmid, Speidel, Staudt, Stumpf, Viebahn, Wolf.